

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2000 年 12 月 7 日 (07.12.2000)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 00/74042 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: G11B 5/738, 5/65, 5/85

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/03436

(22) 国際出願日: 2000 年 5 月 29 日 (29.05.2000)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願平 11/150424 1999 年 5 月 28 日 (28.05.1999) JP  
特願平 11/333529 1999 年 11 月 24 日 (24.11.1999) JP

(71) 出願人 および

(72) 発明者: 高橋 研 (TAKAHASHI, Migaku) [JP/JP]; 〒982-0222 宮城県仙台市太白区人來田 2 丁目 20-2 Miyagi (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 吉村 哲

(YOSHIMURA, Satoru) [JP/JP]. ジャヤプラウィラ ダビッド (DJAYAPRAWIRA, David) [JP/ID]. 莊司弘樹 (SHOJI, Hiroki) [JP/JP]; 〒980-0806 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉 05 東北大学大学院工学研究科電子工学専攻内 Miyagi (JP).

(74) 代理人: 福森久夫 (FUKUMORI, Hisao); 〒102-0074 東京都千代田区九段南 4 丁目 5 番 11 号 富士ビル 2F Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

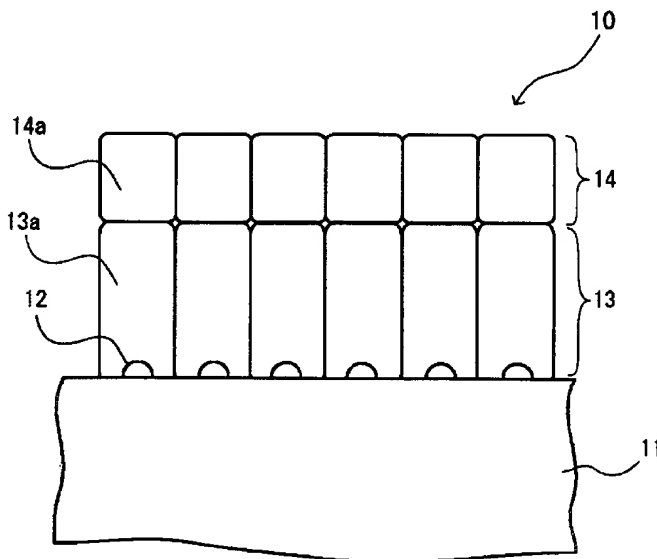
添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND PRODUCTION METHOD THEREFOR AND MAGNETIC RECORDING DEVICE

(54) 発明の名称: 磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置



(57) Abstract: A magnetic recording medium capable of restricting the effects of thermal agitation by simultaneously reducing an average grain size of magnetic crystal grains constituting a ferromagnetic metal film and their standard deviation without changing the film thickness of a metal substrate layer and the film thickness of a ferromagnetic metal layer forming a recording layer, a production method therefor, and a magnetic recording device. The magnetic recording medium comprises a ferromagnetic metal layer consisting of a cobalt base alloy formed on a base material via a metal substrate layer mainly consisting of chromium, characterized in that a seed layer containing at least tungsten is provided between the base material and the metal substrate layer and the seed layer is an island-form film. The above structure requires that the seed layer preferably contain chromium in addition to tungsten. The production method for the medium comprises an intermediate processing step consisting of a process D of dry-etching the base material and a process S of depositing the seed layer on the base material.



---

(57) 要約:

金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属膜を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置を提供する。

本発明の磁気記録媒体は、基体上にクロムを主成分とする金属下地層を介してコバルト基合金からなる強磁性金属層が形成されてなる磁気記録媒体において、前記基体と前記金属下地層との間に少なくともタングステンを含有するシード層を備え、該シード層が島状膜であることを特徴とする。上記構成において、シード層がタングステンに加えてクロムを含有している形態がより好ましい。本発明の製造方法は、前記基体をドライエッチング処理する工程Dと前記基体上に前記シード層を堆積させる工程Sからなる中間処理工程を備えるものである。

## 明細書

## 磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置

## 技術分野

本発明は、磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置に係る。より詳細には、熱擾乱の影響を受けにくい磁性結晶粒子からなる強磁性金属層を備えた磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置に関する。本発明に係る磁気記録媒体は、ハードディスク、フロッピーディスク、磁気テープ等に好適に用いられる。

## 背景技術

近年、磁気記録媒体は高密度で大容量な記録媒体としてハードディスク装置等の磁気記録装置で多用されているが、更なる高記録密度化を図るためには記録再生特性の向上が求められている。

第13図は、従来の磁気記録装置で利用されている磁気記録媒体50を示す模式的な断面図である。また第14図は、従来の磁気記録媒体の製造方法における、各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。ここで、非磁性体からなる基体51としては、例えばアルミニウム（Al）系合金からなる基板52の表面上にニッケル・リン（Ni-P）からなる非磁性層53を設けたものが好適に用いられている。そして、この基体51の上には、例えばクロム（Cr）に代表される非磁性金属膜からなる下地層54、磁性膜からなる記録層55、保護層56が順次積層されている。

一般に、Cr下地層54上にCo基磁性層55を積層してなる媒体では、以下の点が広く知られている。

（1）Cr層54はその厚さが薄いほどCr層54を構成する結晶粒子54aの粒径が小さくなり、Cr層54が厚くなるほどその結晶粒子54aの粒径も増加

すること。

(2) Cr 下地層 54 上に積層した Co 基磁性層 55 を構成する結晶粒子 55 a の粒径は、Cr 層 54 をなす結晶粒子 54 a の粒径とほぼ同じ大きさになること [第 14 図 (d)]。

一方、上記構成の磁気記録媒体 50 において記録再生特性を向上させるためには、記録層 55 として機能する磁性膜を構成する磁性結晶粒子 55 a の粒間相互作用の低減、並びに磁性膜の膜厚の低減が必要不可欠であることが、本発明者等により報告されている [M. Takahashi, A. Kikuchi and S. Kawakita : IEEE Trans. on Magn., 33, 2938 (1997)]。特に、媒体の低ノイズ化を図るためには、記録層 55 をなす磁性膜の膜厚を低減させることにより、磁性膜を構成する結晶粒子 55 a を微細化させることが有効な手法の一例として同文献に紹介されている。

しかしながら、記録層 55 をなす磁性膜の薄膜化による、微細組織形成や磁性結晶粒子 55 a の体積低減には限界がある。何故ならば、記録層 55 をなす磁性膜の膜厚の低減に伴い、磁性膜を構成する結晶粒子 55 a は微細化し、磁性膜に記録された磁化（残留磁化）等の磁気特性が時間に対して大きく変化してしまうという問題、すなわち熱擾乱の影響を受けやすくなるという問題が生じるためである。

本発明者は、下地層 54 の膜厚を減らすことにより、磁性膜を構成する結晶粒子 55 a の粒径を低減させる手法、換言すれば磁性膜の結晶粒子 55 a の体積を小さくする手法の開発を鋭意進めてきた。具体的には、超清浄なプロセス条件で Cr 下地層 / Co 基磁性層からなる媒体を作製する方法を開発することにより、下地層 54 として厚さが 2.5 nm という極薄 Cr 層を用いても、2000 [Oe] を越える保磁力が得られる媒体の開発に成功した（国際出願 PCT / JP 97 / 01092 号公報）。

上記公報に記載された超清浄プロセス (Ultra Clean Process) とは、成膜室の到達真空度を従来の一般的なスパッタ装置の  $10^{-7}$  Torr 台から  $10^{-9}$  Torr 台に高めるとともに、成膜室に導入する高純度 Ar ガス中の水等の不純物濃度を通常

## 3

の高純度 Ar ガスのレベルより 2 桁少ない 1 ppb レベルに低減することを主体とするプロセスである。

上記手法によれば、磁性膜を構成する結晶粒子 55a の平均粒径は低減するが、そのばらつき（標準偏差）は大きい傾向があった。これは、磁性膜における粒間相互作用が局所的にばらつくことを意味し、高記録密度化が進みさらに記録磁化が微小になるにつれて、その影響は無視できなくなってきた。

また、上述した媒体の作製方法による下地層の膜厚低減効果も限界に近づき、一方では、特定の磁性膜を用いた場合には下地層の膜厚低減により磁性膜の粒間相互作用が増大する傾向も確認された

[J. Nakai, A. Kikuchi, K. Nakatani, M. Hirasaka, T. Shimatsu and M. Takahashi : J. Magn. Magn. Mater., 155, 234 (1996)]。

従って、下地層 54 あるいは記録層 55 の膜厚低減以外の手法により磁性結晶粒子 55a の粒径の小型化を図ると共に、磁性結晶粒子 55a の粒径のばらつきをも抑制できる、新たな構成の磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置の開発が望まれていた。

本発明は、金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体を提供することを目的の一つとする。

また本発明は、金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体を製造する方法を提供することを目的の一つとする。

さらに本発明は、金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体を備えた磁気記録装置を提供することを目的の一つとする。

## 発明の開示

本発明に係る磁気記録媒体は、基体上にクロムを主成分とする金属下地層を介してコバルト基合金からなる強磁性金属層が形成されてなる磁気記録媒体において、前記基体と前記金属下地層との間に少なくともタングステンを含有するシード層を備え、該シード層が島状膜であることを特徴としている。

また上記構成からなる磁気記録媒体は、前記シード層がタングステンに加えてクロムを含有している形態としても構わない。

さらに上記構成からなる磁気記録媒体では、前記基体として、非磁性基板と被覆膜から構成され、該被覆膜が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなるものが好適に用いられる。

その際、前記ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素としては、リン、コバルト、タングステン、鉄、バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブテン、パラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコニウム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオブ、タンタルの中から選択される1種または2種以上の元素が望ましい。

本発明に係る磁気記録媒体の製造方法は、基体上に少なくともタングステンを含有するシード層、クロムを主成分とする金属下地層、コバルト基合金からなる強磁性金属層が、順次形成されてなる磁気記録媒体の製造方法であり、成膜室内に前記基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱する前処理工程と、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前記基体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程S、が少なくとも1回以上行われる中間処理工程と、前記シード層上に前記金属下地層及び前記強磁性金属層を順次堆積させる後処理工程と、を少なくとも具備したことを特徴としている。

また上記構成からなる磁気記録媒体の製造方法は、前記中間処理工程が、前記

工程D及び前記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備した形態としても構わない。

本発明に係る磁気記録装置は、上記構成からなる磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動させる駆動部と、磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒体に対して相対移動させる移動手段とを具備したことを特徴としている。

#### 図面の簡単な説明

第1図は、本発明に係る磁気記録媒体の模式的な断面図である。

第2図は、本発明に係る磁気記録媒体を構成するWシード層の形態を示す走査電子顕微鏡（SEM）の写真である。

第3図は、実施例1に係る、島状Wシード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第4図は、実施例2に係る、島状WC<sub>r</sub>シード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第5図は、比較例1に係る、シード層を備えない従来媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第6図は、比較例2に係る、平坦状Wシード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第7図は、比較例3に係る、島状C<sub>r</sub>シード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第8図は、実施例3に係る、島状Wシード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第9図は、実施例4に係る、島状WC<sub>r</sub>シード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第10図は、比較例4に係る、シード層を備えない従来媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

## 6

第11図は、比較例5に係る、平坦状Wシード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第12図は、比較例6に係る、島状Crシード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

第13図は、従来の磁気記録装置で利用されている磁気記録媒体を示す模式的な断面図である。

第14図は、従来の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第15図は、本発明に係る実施例1（DS）で用いた第一の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第16図は、本発明に係る実施例3（SD）で用いた第二の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第17図は、本発明に係る実施例5（DSO）で用いた第三の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第18図は、本発明に係る実施例6（SDO）で用いた第四の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第19図は、本発明に係る実施例7（DOS）で用いた第五の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第20図は、本発明に係る実施例8（DOSD）で用いた第六の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第21図は、本発明に係る実施例9（DOSDO）で用いた第七の製造方法を



適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第 2 2 図は、本発明に係る実施例 1 0 (MD) において磁気記録媒体を製造する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第 2 3 図は、本発明に係る実施例 1 5 (MDOS) において磁気記録媒体を製造する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

第 2 4 図は、本発明に係る磁気記録装置の一例を示す側断面図である。

第 2 5 図は、第 2 4 図に示す磁気記録装置の平断面図である。

(符号の説明)

- 1 0 磁気記録媒体、
- 1 1 基体、
- 1 1 a 基板、
- 1 1 b NiP 膜からなる被覆層、
- 1 1 c Co 共析 NiP 膜からなる被覆層、
- 1 2 島状のシード層、
- 1 3 金属下地層、
- 1 3 a 金属下地層の結晶粒子、
- 1 4 強磁性金属層、
- 1 4 a 強磁性金属層の結晶粒子、
- 1 5 被覆層 1 1 b 上に残存する吸着ガス、
- 1 6 吸着ガスが付着した基体上に島状シードを設けてなる層、
- 1 7 工程 O で付着させた吸着ガス、
- 1 8 島状シードを設けた基体上に吸着ガスを付着させてなる層、
- 1 9 被覆層 1 1 c 上に残存する吸着ガス、
- 2 0 工程 O で付着させた吸着ガス、
- 3 0 磁気記録装置、
- 3 1 ケーシング、

- 3 2 スペーサ、
- 3 3 スピンドル、
- 3 4 モータ、
- 3 5 軸受け、
- 3 6 回転軸、
- 3 7 スイングアーム、
- 3 8 ロードアーム、
- 3 9 磁気ヘッド、
- 5 0 磁気記録媒体、
- 5 1 基体、
- 5 2 基板、
- 5 3 非磁性層、
- 5 4 下地層、
- 5 4 a 下地層の結晶粒子、
- 5 5 記録層、
- 5 5 a 記録層の結晶粒子、
- 5 6 保護層。

発明を実施するための最良の形態

以下では、本発明に係る磁気記録媒体の模式的な断面図（第 1 図）と、基体上に形成したシード層の形態を示す走査電子顕微鏡（SEM）の写真（第 2 図）とを参照して、本発明に係る磁気記録媒体の層構成について説明する。

本発明の磁気記録媒体 1 0 では、第 2 図の SEM 写真に示すように、基体 1 1 上に島状の W からなるシード層 1 2 がまず設けられる。シード層 1 2 は、C o 系強磁性金属層 1 4 の結晶配向性を制御する C r 系金属下地層 1 3 の結晶配向性を阻害することなく、その上に形成される金属下地層 1 3 の結晶粒子が初期成長する核として機能し、金属下地層 1 3 の結晶粒子の小径化をもたらす。そして、

この小径化された金属下地層 1 3 上に強磁性金属層 1 4 を積層させることにより、シード層を持たない従来の媒体に比べて本発明に係る媒体は、金属下地層 1 3 の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層 1 4 の膜厚を変更することなく、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径  $d$  を小さくできると共に、磁性結晶粒子の標準偏差  $\sigma$  をも抑えることができる。また、磁性結晶粒子の標準偏差をその平均粒径で割った値である粒径分散 C. V. grain も小さくなる。特に、結晶粒径の大きい結晶粒子の数を低減できる。

つまり、本発明に係るシード層 1 2 を備えた磁気記録媒体 1 0 は、記録層として機能する強磁性金属層 1 4 の結晶粒子の小径化のみならず、結晶粒径の均一化も図れる。従って、本発明によれば、高記録密度化に伴い記録層に書き込まれる記録磁化が小型化した場合でも、記録磁化が受ける熱擾乱の影響が少なく、安定性に高い記録磁化を形成できる磁気記録媒体の提供が可能となる。

更に上記構成において、前記シード層 1 2 がタングステン (W) に加えてクロム (Cr) を含有した場合には、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差が更に低減され、粒径分散もより小さくなる。従って、より熱擾乱の影響を受けにくく、記録磁化が小型化した際により高い安定性を有する磁気記録媒体が得られる。

また前記基体 1 1 として、非磁性基板 1 1 a と被覆膜 1 1 b から構成され、該被覆膜 1 1 b が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなるものを用いた場合には、被覆膜 1 1 b の表面において該元素が存在する部分に酸素が吸着され易いので、酸素を被覆膜 1 1 b の表面に物理的な吸着状態で間欠的に付着させることができる。このような表面状態からなる基体 1 1 上に W シード層 1 2 を形成することにより、基体 1 1 の表面に対して平行な方向への成長が適度に妨げられた、微細な島状をなすとともに、その大きさが制御された W シード層 1 2 を容易に形成可能となる。

このようなニッケル (Ni) と共析可能で酸素と親和力の高い元素としては、例えばリン (P)、コバルト (Co)、タングステン (W)、鉄 (Fe)、バナ

ジウム (V)、クロム (Cr)、マンガン (Mn)、銅 (Cu)、亜鉛 (Zn)、モリブデン (Mo)、パラジウム (Pd)、錫 (Sn)、レニウム (Re)、アルミニウム (Al)、ジルコニウム (Zr)、ホウ素 (B)、チタン (Ti)、ハフニウム (Hf)、ニオブ (Nb)、タンタル (Ta) の中から選択される 1 種または 2 種以上の元素が好適である。中でも、Ni との共析が容易で酸素との親和力が高い Co が最も好ましい。

前記基体 11 の表面をなす被覆膜 11b は、高温で磁化せず、導電性を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度をもっていることが好ましい。従って、このような条件を満たす材料として従来より多用されているめっき法等で作製された (Ni-P) 膜、あるいは (Ni-Ta) 膜や (Ni-Ti) 膜に、例えば Co 等の元素を適宜含有させたものが、本発明に係る被覆膜 11b として好適である。

本発明に係る磁気記録媒体 10 の製造方法では、まず前処理工程として、成膜室内に基体 11 を配置し、所定の真空度まで成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱することにより、基体 11 の表面上に吸着するガス量を減少させる。その後、中間処理工程として、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前記基体 11 に対してドライエッチング処理する工程 D、及び、前記基体 11 上に少なくとも W を含有するシード層を島状に堆積させる工程 S、を少なくとも 1 回以上行う。この中間処理工程を構成する、工程 D では、基体 11 上に残存する吸着ガスの量を適宜減少させ、前処理工程後に比べて更に少ない吸着ガスが残存した基体 11 の表面状態を作りだし、工程 S では、基体 11 上に適宜残存する吸着ガスの作用を受けつつ、基体上に W を含有するシード層を作製できるので、基体 11 上の吸着ガスがシード層 12 内に取り込まれる量や、吸着ガスの残存度合いによって変化するシード層 12 の島状形態を細かく制御することが可能となる。そして、これに続く後処理工程により W シード層 12 上に金属下地層 13 及び強磁性金属層 14 を順次堆積させることで、金属下地層 13 や強磁性金属層 14 の膜厚を変えることなく各層を構成する結晶粒子の小径化が図れる。

換言すれば、本発明の特徴である中間処理工程では、工程Dのエッチング条件や繰り返し回数、あるいは工程Dと工程Sを実施する順序などを変えることによって、シード層12をなすW結晶の横方向への成長を抑制する作用を備えた、基体11の表面に残存する吸着ガスの量を微妙にかつ自由に変化させることができる。その結果、基体11の表面に対して平行な方向への成長が適度に妨げられた、微細な島状をなすとともに、その大きさが制御されたWシード層12が得られる。

よって、上記形態からなるWシード層12上に形成される金属下地層13は島状のWシード層12を反映した小さな粒径となり、良好な結晶配向性を保持できるので、この金属下地層13上に堆積される強磁性金属層14も微細かつ良好な結晶配向性を備えた形態とすることができる。

例えば、上記中間処理工程が、前記工程D、前記工程Sの順に行われる場合（作製した媒体名をDS媒体と呼称する）は、基体11上に残存する吸着ガスの影響を排除する方法である。つまり、工程Dにより基体11上に残存する吸着ガスを殆ど除去し、次いで工程Sでは吸着ガスの殆どない清浄な基体表面上に、所定の作製条件により島状のWシード層12を形成する。そして、これに続く後処理工程においてWシード層12上に金属下地層13及び強磁性金属層14を順次堆積させることになる。従って、基体11上の吸着ガスが、形成されたWシード層12内に取り込まれる量を最小限に抑えることができるので、Wシード層12内に含有する吸着ガスがWシード層12上に堆積される金属下地層13へ侵入するのを防止できる。よって、DS媒体では、金属下地層13は島状のWシード層12を反映した小さな粒径となり、良好な結晶配向性を保持できるので、この金属下地層13上に堆積される強磁性金属層14も微細かつ良好な結晶配向性を備えた形態とすることができる。

これに対して、上記中間処理工程が、前記工程S、前記工程Dの順に行われる場合（作製した媒体名をSD媒体と呼称する）は、基体11上に残存する吸着ガスを有効に利用する方法である。つまり、工程Sにより基体11上に吸着ガスを

## 12

残存させたまま、所定の作製条件により島状のWシード層 1 2 を形成する。この場合、基体 1 1 の表面に残存した吸着ガスはシード層 1 2 をなすW結晶の横方向への成長を抑制する。その結果、基体 1 1 の表面に対して平行な方向への成長が妨げられた、極微細な島状のWシード層 1 2 が得られる。次に工程 D では前記シード層 1 2 の表面に対してドライエッチング処理を行う。この処理により基体上に残存する吸着ガスを殆ど除去する。そして、これに続く後処理工程においてWシード層 1 2 上に金属下地層 1 3 及び強磁性金属層 1 4 を順次堆積させることになる。これにより、S D 媒体では、金属下地層 1 3 はその極微細な島状Wを核として成長するので小さな粒径となり、かつ、基体上に残存する吸着ガスの影響はないので良好な結晶配向性を保持できる。従って、この金属下地層 1 3 上に堆積される強磁性金属層 1 4 も微細かつ良好な結晶配向性を備えた形態とすることができる。

上述した製造方法、すなわち中間処理工程が工程 S と工程 D からなる製造方法は、いずれも金属下地層 1 3 及び強磁性金属層 1 4 の膜厚を変えることなく、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒径の小型化を達成できる点において共通した作用・効果をもっている。また、いずれの方法においても、WにCrを適宜加えることにより、その効果をより向上させることができる。

以下では、先の中間処理工程が、前記工程 D 及び前記工程 S に加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも 1 回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程 O を具備した場合について述べる。

上記工程 O を中間処理工程に加えて作製した媒体としては、各工程を 1 回ずつ行う場合と任意の工程を更に複数回行う場合に分けられる。

まず、各工程を 1 回ずつ行う場合としては、次の 3 つの場合がある。

(a) 上記中間処理工程が、工程 D → 工程 S → 工程 O の順に行われる場合（作製した媒体名を D S O 媒体と呼称する）。すなわち D S 媒体における中間処理工程の最後に工程 O を追加したものである。

(b) 上記中間処理工程が、工程 S → 工程 D → 工程 O の順に行われる場合（作製

した媒体名をSDO媒体と呼称する)。すなわちSD媒体における中間処理工程の最後に工程Oを追加したものである。

(c) 上記中間処理工程が、工程D→工程O→工程Sの順に行われる場合(作製した媒体名をDOS媒体と呼称する)。

上記(a)から(c)に示した工程Oを備えた中間処理工程によれば、工程Oを行う直前の基体11の表面(これは、上記(a)～(c)でそれぞれ異なる)に対して、所望の量の酸素を物理的な吸着状態で、適宜付着させた後、次工程に移ることができる。ここで、次工程とは、DSO媒体あるいはSDO媒体の場合は後処理工程を構成する金属下地層13を形成する工程であり、DOS媒体の場合は中間処理工程を構成するシード層12を形成する工程を意味する。

この工程Oによる基体11の表面上への酸素付着は、上述した次工程における膜形成に影響を及ぼす。DSO媒体あるいはSDO媒体の場合は金属下地層をなすCr膜の結晶粒を小型化する方向に作用し、DOS媒体の場合はシード層12の島状形態を小型化するとともに均一な分布となるようにはたらく。

その結果、DSO媒体あるいはSDO媒体の場合は、小型化したCr膜の結晶粒を反映して、強磁性体金属層14を構成する磁性結晶粒の粒径が小さくなり、その粒径の分散も低減する。一方、DOS媒体の場合は、小型で均一分布となった島状シード層12を反映して、その上に形成される金属下地層13をなすCr膜の結晶粒は、粒径が小さくなるとともに、その粒径の分布もより狭くなる。このように形態が変化した金属下地層13の上に強磁性体金属層14を形成することによって、強磁性体金属層14をなす磁性結晶粒の粒径が小さくなり、その粒径の分散も低減する。これに伴い、残留磁化の経時変化 $\Delta M$ のさらに小さな媒体が得られる。

上述した結果を磁性結晶粒の小型化および均一化という観点からまとめると、次のようになる。

①DS媒体よりDSO媒体の方が優れる。

②SD媒体よりSDO媒体の方が優れる。

③D S O媒体よりS D O媒体の方が良好となり、S D O媒体よりD O S媒体の方がさらに改善される。

つまり、上記①と②から、工程Oを持たない中間処理工程で作製した媒体（D S 媒体、S D 媒体）に比べて、工程Oを中間処理工程に加えて作製した媒体の方が、強磁性金属層1 4を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差がより小さくなり、その結果、媒体の残留磁化の経時変化 $\Delta M$ を改善できることが分かる。また、上記③から、工程Oを中間処理工程に加えて作製した媒体の中では、D O S媒体が最も優れていることが明らかとなった。

以下では、先に述べた任意の工程を更に複数回行う場合の一例として、ここでは次の2つの場合を取り上げる。

（d）上記中間処理工程が、工程D→工程O→工程S→工程Dの順に行われる場合（作製した媒体名をD O S D媒体と呼称する）。すなわちD O S媒体における中間処理工程の最後に再度工程Dを追加したものである。

（e）上記中間処理工程が、工程D→工程O→工程S→工程D→工程Oの順に行われる場合（作製した媒体名をD O S D O媒体と呼称する）。すなわちD O S D媒体における中間処理工程の最後に再度工程Oを追加したものである。

上記（d）では、第2の工程D（ドライエッチング）を加えることで、島状シード層1 2の形成プロセス（工程S）で生じた表面に残存する付着物を取り除くことができる。その後、島状シード層1 2を備え、最表面の清浄化も十分に図った基体1 1上に、金属下地層1 3、強磁性金属層1 4を順次堆積させることが可能となる。このような作用により、強磁性金属層1 4を構成する磁性粒の小型化が進み、その粒径のバラツキ（粒径分散）も小さくなり、残留磁化の経時変化 $\Delta M$ も改善される。

上記（e）では、上記第2の工程D（ドライエッチング）の後に、さらに第2の工程O（酸素暴露）を追加することによって、第2の工程Dにより清浄化された島状シード層1 2を備えた基体1 1上に、付着度合いを制御しながら酸素を適宜吸着させた状態を作り出すことができる。そして、次にこのような表面状態に



ある基体 1 1 上に、金属下地層 1 3、強磁性金属層 1 4 を順次堆積させる。その結果、島状形状からなるシード層 1 2 も含めた基体 1 1 の表面上に、適度に吸着させた酸素が、その上に堆積する金属下地層 1 3 の結晶粒の粗大化をさらに抑制し、その上に積層させた強磁性金属層 1 4 の結晶粒の粗大化もより一層抑えられるので、磁性粒の小型化が図れるとともに粒径のバラツキ（粒径分散）もさらに抑制され、残留磁化の経時変化  $\Delta M$  もより一層改善される。

上述した結果を磁性結晶粒の小型および均一化という観点からまとめると、次のようになる。

④DOS 媒体よりDOSD 媒体の方が良好である。

⑤DOSD 媒体よりDOSDO 媒体の方がさらに改善される。

つまり、上記④及び⑤から、先に述べた任意の工程、すなわち工程D、工程Sあるいは工程Oのいずれかの工程を更に複数回行うことによって、媒体の強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差がより一層小さくなり、その結果、媒体の残留磁化の経時変化  $\Delta M$  がさらに改善できることが明らかとなった。

上述した効果は、全て、金属下地層 1 3 の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層 1 4 の膜厚を変更することなく、中間処理工程の条件によってのみ制御できるので、所望の磁気特性を有する媒体を形成するために、金属下地層 1 3 の膜厚や強磁性金属層 1 4 の膜厚を自由に設計変更できるという利点をもたらす。

したがって、本発明に係る磁気記録媒体の製造方法によれば、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の粒径のさらなる小型化を図りつつ、金属下地層 1 3 の膜厚や強磁性金属層 1 4 の膜厚を個別に適宜変更することによって、各種磁気特性の媒体が容易に製造できるので、本発明は媒体設計の自由度が格段と向上した製造ラインの構築に寄与できる。

また本発明に係る製造方法では、成膜室の到達真空度（いわゆる背圧）として  $10^{-9}$  [Torr] 台を要求する超清浄プロセスを用いなくても、従来量産機で利用されている  $10^{-7}$  [Torr] 台という成膜室の到達真空度において、強磁性金属層

## 16

1 4を構成する磁性結晶粒子の小型化が図れる。従って、従来の量産機を転用できることから、次世代の高記録密度化に対応できる媒体を安価に製造できる量産システムの提供が可能となる。

また先に述べた基体 1 1 として、非磁性基板 1 1 a と被覆膜 1 1 b から構成され、該被覆膜 1 1 b が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなるものを用いた場合には、上述した工程 O の作用・効果がさらに向上するので、次工程をなすシード層の島状形態や金属下地層の結晶粒の形態に強く反映され、最終的には強磁性金属層の磁性結晶粒の小型化をさらに図ることができる。つまり、本発明に係る製造方法は、非磁性基板 1 1 a と被覆膜 1 1 b から構成され、該被覆膜 1 1 b が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなる基体でも、有効に働く作製法である。

さらには、本発明に係る磁気記録媒体は、上述したように強磁性金属層 1 4 が微細な結晶粒から構成されて優れた磁気特性を備えているので、強磁性金属層 1 4 は従来より熱的安定性に優れ、熱擾乱を抑制できる。よって、磁気記録装置が内蔵するモータ等の内部構造体より発生する熱の影響を受け、例えば、1 0 0℃を越える高い温度となった状況下で使用された場合であっても、本発明に係る媒体を構成する強磁性金属層 1 4 の磁気特性は劣化することがない。したがって、本発明に係る媒体を備えることによって、長期安定性に優れた磁気記録装置の提供も可能となる。

以下では、本発明の実施態様例について説明する。

(基体)

本発明に係る基体 1 1 としては、例えば、アルミニウム、チタン及びその合金、シリコン、ガラス、カーボン、セラミック、プラスチック、樹脂及びその複合体からなる非磁性基板 1 1 a 、及びそれらの表面に異種材質からなる非磁性の被覆膜 1 1 b をスパッタ法、蒸着法、めっき法等により表面コーティング処理を行ったものが挙げられる。この基体 1 1 表面に設けた非磁性の被覆膜 1 1 b は、高温

で磁化せず、導電性を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度をもっていることが好ましい。このような条件を満たす非磁性の被覆膜 1 1 b 膜としては、特にスパッタ法やめっき法により作製された (N i - P) 膜、(N i - T a) 膜、あるいは (N i - T i) 膜が好ましい。

また本発明では、基体 1 1 として、非磁性基板 1 1 a と被覆膜 1 1 c から構成され、被覆膜 1 1 c が、N i 及び該 N i と共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなるものが用いられる。この構成の基体 1 1 は、被覆膜 1 1 c の表面において該元素が存在する部分に酸素が吸着され易いので、酸素を被覆膜の表面に物理的な吸着状態で間欠的に付着させることができる、という利点を備えている。

上記 N i と共析可能で酸素と親和力の高い元素としては、例えば P、C o、W、F e、V、C r、M n、C u、Z n、M o、P d、S n、R e、A l、Z r、B、T i、H f、N b、T a の中から選択される 1 種または 2 種以上の元素が好適であり、中でも N i との共析が容易で酸素との親和力が高い C o が最も好ましい。

例えば、上記 N i と共析可能で酸素と親和力の高い元素を P と C o にする場合は、非磁性のアルミニウムなどの基板 1 1 a を用意し、この基板 1 1 a を脱脂、エッチング、ジンケート処理した後、市販のめっき液（商品名メルテックス N i - 4 2 2 等）に硫酸コバルトを添加しためっき液を用いて基板 1 1 a 上に N i C o P めっきを施して基板 1 1 a 上に C o を所定量含有する (N i - P) の被覆膜 1 1 c を形成し、その後所定の加熱処理を行うことで所望の被覆膜付きの基体 1 1 を得る方法が好適に用いられる。

基体 1 1 の形状としては、ディスク用途の場合、ドーナツ円盤状のものが使われる。後述する磁性層等を設けた基体、即ち磁気記録媒体 1 0 は、磁気記録および再生時、円盤の中心を軸として、例えば 3 6 0 0 r p m の速度で回転させて使用する。この時、磁気記録媒体 1 0 の上空を磁気ヘッドが 0. 1  $\mu$  m 程度の高さを飛行する。従って、基体 1 1 としては、表面の平坦性、表裏両面の平行性、基体円周方向のうねり、および表面の粗さが適切に制御されたものが望ましい。

また、基体 11 が回転／停止する場合には、磁気記録媒体 10 と磁気ヘッドの表面同士が接触及び摺動する（Contact Start Stop, CSSと呼ぶ）。この対策として、基体の表面には、同心円状の軽微なキズ（テクスチャー）を設けても構わない。

しかし、磁気ヘッドの更なる低浮上量化を達成するとともに、後述する島状シード層の表面形態がその上に積層して設ける膜に与える作用・効果を顕著にする目的から、上記のようなテクスチャを設けず、表面粗さ  $R_a$  を  $1\text{ nm}$  以下とした基体 11 が、本発明では好適に用いられる。

（シード層）

本発明に係るシード層 12 は前記基体 11 上に設けられ、その上には後述する金属下地層 13 及び強磁性金属層 14 が積層される。シード層 12 は少なくともタングステン（W）を含有しており、二次元的な平坦膜ではなく、局所的に点在した形状からなる島状膜という形態をなしている。この島状のWシード層 12 は、その上に堆積される金属下地層 13 をなす結晶粒子の初期成長段階において、結晶成長を促す核として機能する。この作用により、金属下地層 13 は島状のWシード層 12 を反映した小さな粒径となり、良好な結晶配向性を保持できる。更に、この金属下地層 13 上に堆積される強磁性金属層 14 も微細かつ良好な結晶配向性を備えた形態とすることができる。

後述する実施例では、島状シード層 12 は、WターゲットあるいはWCr合金ターゲットを用いたスパッタ法で作製した。その際、基体 11 を加熱保持する温度と成膜時のガス圧とを主に制御することによって、基体上に所望の島状形態からなるシード層を形成した。島状のシード層 12 を形成するための主な作製条件としては、基体温度、成膜時のガス圧、ターゲットへ印加する電力密度、ターゲットと基体との距離、成膜時に基体に加えるバイアス、等が挙げられる。例えば、基体温度は  $170 \sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$  が好ましく、ガス圧は  $1 \sim 40\text{ [mTorr]}$  が望ましい。また、電力密度は、例えば直径が  $152\text{ [mm]}$  の円形ターゲットを用いる場合、直流電源から  $25\text{ [W]} \sim 1.5\text{ [kW]}$  の電力を印加して選択する

とよい。その際、ターゲットと基体との距離は20～60 [mm]、バイアスは0～-300 [V] が好適に用いられる。

従って、島状のWシード層12の作製条件のみ変えて、島状Wの大きさやその離間度合いを制御することによって、その上に作製される金属下地層13の結晶粒子13aの粒径や強磁性金属層14の結晶粒子14aの粒径が、金属下地層13や強磁性金属層14の膜厚に依存せず自由に制御できる。

換言すれば、金属下地層13の膜厚や強磁性金属層14の膜厚を変更することなく、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径d及びその標準偏差 $\sigma$ を抑えることができ、磁性結晶粒子の標準偏差をその平均粒径で割った値である粒径分散C.V. grainも小さくできる。特に、結晶粒径の大きい結晶粒子の数を減らす効果がある。

また、上記Wシード層12にクロム (Cr) を加えることにより、さらに上述した作用・効果が向上する。

上述したシード層12の島状形態の大きさや離間度合いなどは、シード層12を形成する直前の基体11上に残存する酸素などの付着物、あるいは後述するところの酸素暴露 (工程O) によるシード層12を形成する直前の基体11上への積極的な酸素の離散的な付着処理、などを組合せることによって、さらに高感度に制御することができる。

また同様に、島状シード層12を形成した後の基体11上に残存する酸素などの付着物、あるいは酸素暴露 (工程O) によるシード層12を形成する直前の基体11上への積極的な酸素の離散的な付着処理などは、次工程である、後工程処理をなす金属下地層13や強磁性金属層14の膜成長に作用し、結晶の小型化や小径化、粒径分散の減少などを促す。

(金属下地層)

本発明に係る金属下地層13としては、クロム (Cr) を主成分とする金属、例えばCr及びその合金が挙げられる。合金とする場合は、例えば、V、Nb、Ta等との組み合わせが提案されている。特に、Crは、後述する強磁性金属層

に対して偏析作用を起こすことから好ましい。また、その成膜方法としては、スパッタ法、蒸着法等が用いられる。

この金属下地層 1 3 の役割は、その上に C o 基からなる強磁性金属層 1 4 を設けたとき、強磁性金属層 1 4 の磁化容易軸が基体面内方向を取るように、すなわち基体面内方向の保磁力が高くなるように、強磁性金属層 1 4 の結晶成長を促すことである。

C r からなる金属下地層 1 3 をスパッタ法で作製する場合、その結晶性を制御する成膜因子としては、基体 1 1 の表面形状、表面状態、若しくは表面温度、成膜時のガス圧、基体 1 1 に印加するバイアス、及び形成する膜厚等が挙げられる。

後述する強磁性金属層 1 4 の保磁力は金属下地層 1 3 をなす C r 膜厚が増えるにつれて高くなるが、それに伴い媒体の表面粗さも増大する傾向にある。しかしながら、記録密度を向上するためには、磁気ヘッドの媒体表面からの浮上量を小さくすることが求められている。また、金属下地層 1 3 をなす C r 層の結晶粒径はその膜厚が薄いほど小さく、続いてその上に積層される強磁性金属層 1 4 の結晶粒径も小径化することが分かっている。

従って、金属下地層 1 3 には、その膜厚が薄くても強磁性金属層 1 4 が高い保磁力をもつことができるような材料及び製造方法が望ましい。

本発明に係る磁気記録媒体 1 0 は、後述する製造方法、すなわち工程 D（ドライエッチング）、工程 S（シード層形成）あるいは工程 O（酸素暴露）からなる中間処理工程を備えた製造方法を用いて作製される。つまり、本発明に係る金属下地層 1 3 は、前記中間処理工程の後、中間処理によって所定の状態に変化させた表面を有する基体 1 1 上に形成される。その結果、基体 1 1 上に存在する島状のシード層 1 2 や離散的に付着した酸素の影響を受け、金属下地層 1 3 をなす C r 層の結晶粒が著しく小型化する。この小型化は、上述した N i 及び該 N i と共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金からなる被覆膜 1 1 b と非磁性基板 1 1 a から構成された基体 1 1 を用いることで、さらに促進される。

なお、基体 1 1 としてガラス基板を用いる場合に、金属下地層 1 3 の下に（N

i - A 1) 膜を設けても良い。

(強磁性金属層)

本発明における強磁性金属層 1 4 としては、コバルト (C o) 基合金が好適に用いられ、中でも強磁性金属層 1 4 の結晶粒間に C r 偏析が生じる材料が望ましい。すなわち、少なくとも C o と C r とを含む強磁性金属材料が好ましい。具体的には、C o N i C r, C o C r T a, C o C r P t, C o N i P t, C o N i C r T a, C o C r P t T a 等が挙げられる。例えば C o N i C r は、安価で、成膜雰囲気の影響を受けづらいため、C o C r T a は、媒体ノイズが低いため、C o P t 系は、C o N i C r や C o C r T a では作製が難しい 1 8 0 0 O e 以上の保磁力を実現するために好適に用いられている。

強磁性金属層 1 4 は記録層として機能するため、強磁性金属層 1 4 に記録された磁化 (残留磁化) 等の磁気特性が時間に対して大きく変化しないことが求められる。特に、高記録密度化に伴いさらに記録磁化が微小になるにつれて、一つの記録磁化が占める面積に含まれる磁性結晶粒子の数が急速に減少しつつある。この場合、逆向きの磁化の存在により、反磁界が発生し、この反磁界によって記録磁化がますます不安定となる傾向が強まる。

従って、強磁性金属層 1 4 としては、微小な記録磁化を安定に保持するために、磁性結晶粒子の粒径を小さくすると共に、その粒径のばらつきを抑えることが可能な材料及び製造方法が望ましい。

本発明に係る磁気記録媒体 1 0 を構成する強磁性金属層 1 4 は、上述した中間処理工程を設けたことにより、粒径が小型化した金属下地層 1 3 の上にエピタキシャル成長することで形成される。そのため、磁気記録膜として機能する強磁性金属層 1 4 の結晶粒は、金属下地層 1 3 の結晶粒の粒径小型化の影響を強く受け、記録膜の粒径も低減する傾向を示す。上記の金属下地層 1 3 の項目でも述べたように、この傾向は、上述した N i 及び該 N i と共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金からなる被覆膜 1 1 b と非磁性基板 1 1 a から構成された基体 1 1 を用いることで、さらに強まる。その結果、従来の製造方法による強磁性

金属層では10nmを越える平均粒径の結晶粒から構成されていたのに対し、本発明に係る製造方法で作製された強磁性金属層は最大で30%以上も小さな平均粒径を備え、その粒径のバラツキを表す標準偏差も半減する。これに伴い、媒体に記録された磁化の経時変化の指標となる残留磁化の変化率 $\Delta M$ も最大で30%以上も改善される。

したがって、このように微細化された結晶粒からなる強磁性金属層14を備えた本発明に係る磁気記録媒体10は、長期安定性に優れた特質を有する。

また、上記の強磁性金属層14として、3元系強磁性合金磁性膜の1種である、一般式 $\text{Co}_x\text{Cr}_y\text{Ge}_z$ で示され、組成比を示す $x$ 、 $y$ 、 $z$ が、 $78 \leq x \leq 87$ 、 $2.5 \leq y \leq 14.5$ 、 $3.5 \leq z \leq 15$ 、 $x + y + z = 100$ （但し、 $x$ 、 $y$ 、 $z$ は原子%による組成比を示す）なる関係を満たす組成の磁性膜を適用することもできる。この3元系強磁性合金磁性膜は本発明者が特願平11-135038号（1999年5月14日出願）において提案した材料であり、従来材料には見られない優れた磁気特性を有するものである。

（磁気記録媒体における高記録密度化）

本発明における磁気記録媒体10は、上述した強磁性金属層14の膜面に対し、平行に記録磁化を形成する媒体（面内磁気記録媒体）を指す。このような媒体では、記録密度を向上するために、記録磁化のさらなる小型化を図る必要がある。この小型化は、各記録磁化の漏れ磁束を減少させるため、磁気ヘッドにおける再生信号出力を小さくする。従って、隣接する記録磁化の影響と考えられている媒体ノイズを、さらに低減することが望まれている。

（強磁性金属層の保磁力： $H_c$ 、異方性磁界： $H_{k^{\text{grain}}}$ 、規格化保磁力： $H_c / H_{k^{\text{grain}}}$ 、結晶磁気異方性 $K_u^{\text{grain}}$ ）

本発明における「強磁性金属層の保磁力： $H_c$ 」とは、振動試料型の磁力計（Variable Sample Magnetometer、VSMと呼ぶ）を用いて測定した磁化曲線から求めた媒体の抗磁力である。「結晶粒の異方性磁界： $H_{k^{\text{grain}}}$ 」とは、高感度トルク磁力計を用いて測定した回転ヒステリシス損失が完全に消失する印加磁



界である。ここで、保磁力および異方性磁界は、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体の場合、薄膜面内で測定した値である。また、 $H_k^{\text{grain}}$ は、Stoner-Wohlfarth 理論によれば、結晶粒が完全に磁氣的に孤立した場合に 0.5 をとることが示されており、この値が規格化保磁力の上限値である。

なお、J.-G. Zhu and H. N. Bertram: Journal of Applied Physics, VOL. 63, 1988, pp. 3248 には、強磁性金属層の規格化保磁力が高いということは、強磁性金属層を構成する個々の結晶粒の磁氣的な相互作用が低下し、高い保磁力が実現できることが記載されている。

本発明における「強磁性金属層の規格化保磁力： $H_c / H_k^{\text{grain}}$ 」とは、保磁力  $H_c$  を、結晶粒の異方性磁界  $H_k^{\text{grain}}$  で割った値であり、結晶粒の磁氣的孤立性が高まる度合いを表すことが、

Magnetization Reversal Mechanism Evaluated by Rotational Hysteresis Loss Analysis for the Thin Film Media" Migaku Takahashi, T. Shimatsu, M. Suekane, M. Miyamura, K. Yamaguchi and H. Yamasaki: IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 28, 1992, pp. 3285 に示されている。

本発明における「結晶磁気異方性  $K_u^{\text{grain}}$ 」とは、 $M_s$  と  $H_k^{\text{grain}}$  の積を  $1/2$  した数値であり、この  $K_u^{\text{grain}}$  の値が大きいほど熱擾乱が抑制され、熱的に安定な媒体であると判断される指標である。

#### (成膜方法)

本発明における成膜方法としては、スパッタリング法が好適に用いられる。磁気記録媒体用のスパッタ装置としては、基体 11 がターゲットの前を移動しながら薄膜が形成される搬送型と、基体 11 をターゲットの前に固定して薄膜が形成される静止型が挙げられる。前者は量産性が高いため低コストな媒体の製造に有利であり、後者は基体 11 に対するスパッタ粒子の入射角度が安定なため記録再生特性に優れる媒体の製造が可能とされている。本発明に係る磁気記録媒体 10 を製造する際には、搬送型あるいは静止型のいずれかに限定されるものではない。

(磁気記録媒体の製造方法)

本発明に係る磁気記録媒体の製造方法は、基体上に少なくともタングステンを含有するシード層、クロムを主成分とする金属下地層、コバルト基合金からなる強磁性金属層が、順次形成されてなる製造方法であり、成膜室内に前記基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱する前処理工程と、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前記基体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程S、が少なくとも1回以上行われる中間処理工程と、前記シード層上に前記金属下地層及び前記強磁性金属層を順次堆積させる後処理工程と、を少なくとも具備した構成からなっている。

また、前記中間処理工程が、前記工程D及び前記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備した構成も、本発明に係る製造方法の一つである。

以下では、上記製造方法を構成する前処理工程、中間処理工程および後処理工程について述べる。

(前処理工程)

本発明に係る前処理工程は、成膜室内に基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱するものである。

すなわち、成膜室内の減圧により、基体周囲の雰囲気を高真空状態することで、基体表面に付着したガス成分などを取り除くことができる。そして、基体温度を上げることにより、そのガス成分などの除去作用を高めるとともに、次の中間処理工程の処理条件として望ましい温度に基体温度を変更する。

ここで、所定の真空度としては、従来の製造装置で採用されている  $10^{-7}$  Torr 台の到達真空度で構わない。このレベルの到達真空度でも、後述する中間処理工程の作用および効果は得られる。ただし、前処理後に基体の表面上に残存する付着物を量を低減し、次工程への残存ガスの影響を減らす観点から考慮すれば、本

発明者が先の特許出願で開示したように、成膜室の到達真空度は  $1.0^{-9}$  Torr 台以下とした方が望ましい。

ただし、上記前処理工程によれば、基体 11 上に残存する酸素など付着物の絶対量は著しく減らせるが、局所的に見た場合、その残存する付着物が偏在した状態となりやすく、これを均一化させることは難しいと考えられる。

前処理工程後に基体 11 上に残存する付着物の均一化制御は、後述する中間処理工程の工程 D と工程 O により達成される。

(中間処理工程)

本発明に係る中間処理工程は、上述した前処理工程における所定の真空度より高い圧力雰囲気において、上記の前処理工程を終えた基体に対してドライエッチング処理する工程 D、及び、前記基体上に少なくともタンゲステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程 S、が少なくとも 1 回以上行われるものである。

また、前記中間処理工程が、工程 D 及び工程 S に加え、上述した前処理工程における所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも 1 回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程 O を具備した構成としてもよい。

前記工程 D のドライエッチング処理としては、後述する実施例では、高純度 Ar ガスを用いた高周波スパッタ法を使った。基体 11 に対して交流電圧を印加する手法であり、基体がマイナス電位となった際に、プラスにイオン化した Ar が基体表面に衝突することによって、前記の加熱処理後においても基体 11 の表面上に残存する付着物を物理的に除去する。ドライエッチング処理法は、上記説明の方法に限定されるものではなく、同様の原理に基づくエッチング法、例えば Ar ガスに代えて水素などの反応性ガスを Ar ガスに混合したものをを用いたり、高周波スパッタ法の代わりに直流スパッタ法や基体へバイアスを印加しながら行う直流スパッタ法など、を用いたエッチング法であれば、いずれの方法を利用しても構わない。

前記工程 S の島状シード層 12 を堆積させる方法としては、後述する実施例では、W 又はこれに Cr を入れたターゲットを用い、高純度 Ar ガスを導入した雰

囲気でターゲットに交流電圧を印加してスパッタリングを行い、基体 1 1 上にスパッタされた飛翔物を島状の形態となるように堆積させる方法を用いた。主に、基体温度、ガス圧および成膜速度を制御することによって、所望の形態からなるシード層 1 2 を作製した。

前記工程 O の基体表面を酸素暴露する方法としては、後述する実施例では、所定の減圧下にある処理室内に基体 1 1 を移動させた後、この処理室内に適量の酸素ガスを導入し、導入後の処理室内が、前処理工程における所定の真空度より高い圧力雰囲気となるように、ガス流入量やガス排気速度などを適宜制御して所望の圧力に調整する方法を用いた。この制御された酸素雰囲気に所定の表面形態を備えた基体 1 1 を曝すことにより、基体 1 1 の表面に、適当量の酸素を、離散的かつ均一な分布となるように付着させることができる。

ここでは酸素ガスを用いたが、同様の作用が期待できるガス、例えば酸素ガスに不活性ガスを混合したものなどを代わりに使用してもよい。また、酸素暴露を行っている最中の基体温度を変えた場合は、ガス流入量などを変更して処理室内の圧力を適宜調整し直せば同様の作用が得られることは言うまでもない。

上述した中間処理工程の組合せとしては、以下のものが挙げられる。但し、括弧付き番号の後の記載内容 A : B は、A = 媒体の名称、B = 使用した中間処理工程における各工程の順序、をそれぞれ表す。

- (1) D S 媒体 : 工程 D → 工程 S
- (2) S D 媒体 : 工程 S → 工程 D
- (3) D S O 媒体 : 工程 D → 工程 S → 工程 O
- (4) S D O 媒体 : 工程 S → 工程 D → 工程 O
- (5) D O S 媒体 : 工程 D → 工程 O → 工程 S
- (6) D O S D 媒体 : 工程 D → 工程 O → 工程 S → 工程 D
- (7) D O S D O 媒体 : 工程 D → 工程 O → 工程 S → 工程 D → 工程 O

後述する実施例で詳細に述べるように、上記括弧付き番号の大きな中間処理工程の方が、小さなものに比べて、より微細化された結晶粒からなる強磁性金属層

14が形成できる。

ただし、本発明に係る中間処理工程は、上述した7通りに限定されるものではなく、本発明に係る3つの工程による個別の効果を自由に組み合わせ、その結果として強磁性金属層14を構成する結晶粒の小型化が図れるならば、工程Dと工程Sと工程Oからなる他の組合せでも構わない。

(後処理工程)

本発明に係る後処理工程は、上述した中間処理工程で形成したシード層上に金属下地層及び強磁性金属層を順次堆積させるものである。

本工程における金属下地層と強磁性金属層の形成方法としては、後述する実施例では、金属下地層の形成にはCrターゲットを、強磁性金属層の形成にはCoCrTa合金ターゲットを、それぞれ用い、高純度Arガスを導入した雰囲気ターゲットに直流電圧を印加してスパッタリングを行い、基体11上にCr膜からなる金属下地層とCoCrTa膜からなる強磁性金属層を順番に堆積させる方法を用いた。

後述する実施例では、金属下地層の形成にはCrターゲットを、強磁性金属層の形成にはCoCrTa合金ターゲットを用いた一例を示したが、本発明の作用・効果を得るためには、金属下地層用ターゲットとしてはCrを主成分とする材料を用いても良く、また強磁性金属層用ターゲットとしてはCo基合金からなる材料を使用しても構わない。

本発明で用いている層構成の媒体、すなわち基体11上にCrを主成分とする金属下地層13を介してCo基合金からなる強磁性金属層14が形成されてなる磁気記録媒体では、金属下地層13を構成するCr膜が(200)配向し、その上に強磁性金属層14がエピタキシャル成長して(110)配向しながら生成するので、金属下地層13の結晶配向性でもって強磁性金属層14の配向性を良好にすることができる、ことが広く知られている。したがって、本発明に係る後処理工程が行われる成膜室には、このエピタキシャル成長が良好に行われる程度の背圧(すなわち、成膜時に使用するArガスを導入する前の到達真空度)が要

求される。後述する実施例では、この背圧を  $10^{-7}$ Torr 台としたが、本発明者が国際出願 PCT/J P 97/01092 号公報において開示した技術である、同じ材料系を用いてもさらに高保磁力化が達成できる  $10^{-9}$ Torr 台以下の背圧を本発明に係る製造方法に適用しても良いのは勿論である。

(ドライエッチング処理)

本発明に係るドライエッチング処理としては、例えば、放電可能なガス圧空間内に置かれた基体 11 に対して、高周波〔例えば RF (radio frequency, 13.56MHz)〕電源から交流電圧を印加する手法、いわゆる高周波スパッタ法が好適に用いられる。この方法の特長は、基体 11 が導電性でない場合にも適用可能な点である。ドライエッチング処理は、基体 11 の表面に存在するガス成分や付着物の除去、あるいは基体 11 への薄膜の密着性向上等を目的として行われる。しかし、ドライエッチング処理後、基体 11 の表面上に形成される薄膜自体の膜質に及ぼす影響については不明な点が多い。

後述する実施例では、ドライエッチング処理は、Ar ガス雰囲気中に配置された基体 11 に RF 電力を印加する方法で行った。その際、Ar ガス圧は 1～40 [mTorr] が好ましく、例えば 200 [W] の RF 電力の場合、処理時間は 1～120 [秒] の範囲から選択するとよい。

(プロセスガス)

本発明に係るプロセスガスとしては、半導体作製用の Ar ガス（不純物濃度：5 ppm 以下）が好適に用いられ、シード層、金属下地層又は強磁性金属層を成膜する場合や、基体表面をドライエッチング処理する場合に共通して使われる。

(基体に負のバイアス印加)

本発明における「基体に負のバイアス印加」とは、磁気記録媒体 10 として Cr 下地膜 13 や磁性膜 14 を形成する際、基体 11 に対して直流のバイアス電圧を印加することを指す。適切なバイアス電圧を印加すると、媒体の保磁力が増大することが分かっている。上述したバイアス印加の効果は、どちらか一方の膜を作製するときだけ印加した場合よりも、2 層とも印加した場合のほうがより大き

いことが公知である。

しかし、上記バイアス印加は、基体近傍の物体、すなわち基体支持部材や基体ホルダーにも作用する場合が多い。この結果、基体近傍の空間中にガスやダストが発生し、成膜中の薄膜に取り込まれ、各種の膜特性が不安定になるという不都合な状態が生じ易くなる。

また、基体 11 へのバイアス印加は、以下の問題点もある。

- ①ガラスなどの非導電性基体には、適用できない。
- ②成膜された磁性膜の飽和磁束密度 ( $M_s$ ) が低下する。
- ③成膜室内に、複雑な機構部を設ける必要がある。
- ④基体へのバイアス印加度合いの変化が生じやすく、その結果磁気特性にバラツキが発生しやすい。

したがって、上記バイアス印加を行わなくても、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法が望まれている。

これに対して、本発明に係る磁気記録媒体 10 の製造方法は、基体 11 に負のバイアス印加を行わなくても、強磁性金属層 14 を構成する磁性結晶粒子の粒径を小さくすると共に、その粒径のばらつきを抑制できるので、上述した不具合も生じないという利点がある。

(金属下地層又は強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度)

従来、「金属下地層 13 又は強磁性金属層 14 を形成する成膜室の到達真空度」は、強磁性金属層 14 の材料によっては、保磁力の値を左右する成膜因子の 1 つとして位置づけられている。特に、強磁性金属層 14 の中に Ta を含む Co 基の材料では、上記の到達真空度が低い場合 (例えば、 $10^{-6} \sim 10^{-7}$  Torr 台の場合) には影響が大きいと考えられてきた。しかし、本発明に係るシード層 12 を備えた媒体は、到達真空度が  $10^{-7}$  [Torr] 台の成膜室にて磁性膜 14 を形成しても、保磁力の低下は殆どなく、安定な磁気特性をもつことができる。

(金属下地層又は強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度)

本発明における「金属下地層 13 又は強磁性金属層 14 を形成する際の基体 1

1の表面温度」は、強磁性金属層14の材料に依存せず、保磁力の値を左右する成膜因子の1つである。基体11が損傷しない範囲であれば、高い表面温度で成膜をした方がより高い保磁力を実現できる。基体11の損傷とは、そり、膨れ、割れ等の外的変化や、磁化の発生、発ガス量の増加等の内的変化を意味する。

本発明に係る基体11上に設けたシード層12は、金属下地層13又は強磁性金属層14を形成する際の基体11の表面温度を、所定の温度に保つために寄与する。一般に、ガラス等の熱伝導率が低い基体では、基体温度を上げたり、保持することが難しいが、基体11上に本発明のシード層12を設けることにより、基体表面を所望の温度に維持できるので、上記不具合は解消され、安定した磁気特性を有する媒体の形成が可能となる。

(基体の表面粗さ、 $R_a$ )

本発明における基体11の表面粗さとしては、例えば、ディスク形状からなる基体表面を、半径方向に測定した場合の、平均中心線粗さ $R_a$ があげられる。測定器としては、例えばRANKTAYLORHOBSON 社製TALYSTEP が用いられる。

基体が停止状態から回転を開始した場合や、その逆の場合には、磁気記録媒体10と磁気ヘッドの表面同士が接触及び摺動する(Contact Start Stop, CSSと呼ぶ)。この時、磁気ヘッドの吸着や摩擦係数の上昇を抑えるため、 $R_a$ は大きい方が好ましい。一方、基体が最大の回転数に達した場合には、磁気記録媒体10と磁気ヘッドとの間隔、すなわち磁気ヘッドの浮上量を確保する必要があるので、 $R_a$ は小さい方が望ましい。

従って、基体11の表面粗さ、 $R_a$ の最大値と最小値は、上述した理由と、磁気記録媒体10に対する要求スペックから適宜決定される。例えば、磁気ヘッドの浮上量が、 $2\mu\text{inch}$ の場合は、 $R_a = 6\text{nm} \sim 8\text{nm}$ である。

しかし、さらに高記録密度化を図るためには、磁気ヘッドの浮上量(記録再生動作をする際、磁気ヘッドが磁気記録媒体10の表面上から離れている距離)をより小さくする必要がある。この要望に答えるためには、磁気記録媒体10の表面をより平坦化することが大切となる。この理由から、基体の表面粗さは、より



小さなものが望ましい。

したがって、基体の表面粗さがより小さな場合でも、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法が望まれている。

これに対して、本発明に係るシード層 1 2 は、表面粗さ  $R_a$  が  $7 \text{ \AA}$  ( $= 0.7 \text{ nm}$ ) という超平滑な基体 1 1 上に設けた場合でも有効に機能し、その上に金属下地層 1 3 及び強磁性金属層 1 4 を積層した本発明の媒体は、基体表面とほぼ同じ表面粗さを維持できる。

(テクスチャ処理)

磁気記録媒体 1 0 におけるテクスチャ処理としては、例えば、機械的な研磨による方法、化学的なエッチングによる方法、物理的な凹凸膜の付与による方法などが挙げられる。特に、磁気記録媒体の基体 1 1 として、最も広く使われているアルミニウム合金基体の場合は、機械的な研磨による方法が採用されている。例えば、アルミニウム合金基体の表面に設けた (Ni-P) 膜に対して、研削用の塗粒が表面に接着してあるテープを、回転する基体に押しつけることにより、同心円状に軽微なキズを付与する方法がある。この方法では、研削用の塗粒を、テープから遊離させて用いる場合もある。

これに対して、本発明では、上述したようなテクスチャ処理は行わず、超平滑 [表面粗さ  $R_a$  が  $7 \text{ \AA}$  ( $= 0.7 \text{ nm}$ )] な表面に仕上げた基体を用いているので、高記録密度化を図る際に必要となる磁気ヘッドの低浮上化に十分対応できる媒体を安定して得られる。

(磁気記録装置)

第 2 4 図は本発明に係る磁気記録装置の一例を示す側断面図であり、第 2 5 図は第 2 5 図に示す磁気記録装置の平断面図である。これらの図は、先に説明した本発明に係る磁気記録媒体 1 0 を組み込んで構成されたコンピュータの HDD (ハードディスクドライブ) 装置 (磁気記録装置) の一例を示すものである。

第 2 4 図に示すように、磁気記録装置 3 0 では、筐体をなすケーシング 3 1 の内部に複数枚 (第 2 4 図に示す例では 5 枚) の磁気記録媒体 1 0 がスペーサ 3 2

## 32

と交互にスピンドル 33 に挿通されて設けられている。また、ケーシング 31 には前記スピンドル 33 の軸受けが設けられるとともに、ケーシング 31 の外部には前記スピンドル回転用のモータ（駆動部）34 が設けられ、各磁気記録媒体 10 がスピンドル 33 の周回りに回転自在とされている。

前記ケーシング 31 の内部であって前記磁気記録媒体 10 の側方側には、軸受け 35 によって前記スピンドル 23 と平行に支持された回転軸 36 が設けられ、この回転軸 36 に複数のスイングアーム 37 が磁気記録媒体 10 側に延出するように取り付けられている。また第 25 図に示すように、各スイングアーム 37 の先端側には三角板状のロードアーム 38 を介して磁気ヘッド 39 が取り付けられている。

磁気ヘッド 39 は、薄膜型磁気ヘッド、あるいは M I G 型の磁気ヘッド、または M I G 型の磁気ヘッド素子と読み取り専用の磁気抵抗効果型磁気素子とを一体化したデュアル型の磁気ヘッド素子と、スライダとから構成されており、このスライダがロードアーム 38 の先端部側に設けられたジンバル部材によって弾性支持されている。磁気ヘッド 39 はスイングアーム 37 の移動とともに磁気記録媒体 10 上の任意の位置に移動されるように構成されている。

上記構成の磁気記録装置 30 において、磁気記録媒体 10 を回転させるとともに、スイングアーム 37 を移動させて磁気ヘッド 39 を磁気記録媒体 10 上の任意の位置に移動させて磁気記録媒体 10 を構成する強磁性金属層（磁気記録層）14 に磁気ヘッド 39 の発生させた磁界を作用させることで磁気記録媒体 10 に所望の磁気情報を磁化パターンとして書き込むことができる。また、スイングアーム 37 を移動させて磁気ヘッド 39 を磁気記録媒体 10 上の任意の位置に移動させて磁気記録媒体 10 の強磁性金属層（磁気記録層）14 からの漏れ磁界を磁気ヘッド 39 で検出することで磁気情報の読み出しを行うことができる。

このように磁気情報の読出と書込を行う場合、強磁性金属層（磁気記録層）14 が上述したように小型で微細な結晶粒から構成されて優れた磁気特性を有しているならば、強磁性金属層 14 をなす磁性膜の熱擾乱を抑制できるので、磁気

記録装置 30 の内部がモータ 34 の熱を受けて、例えば、100℃を越える高い温度に加熱されつつ使用された場合であっても、強磁性金属層 14 をなす磁性膜の磁気特性が劣化するのを抑制できる。また、長期間使用し、長時間加熱されることがあっても、強磁性金属層 14 の磁気記録再生特性に劣化や変動が生じにくい、記録再生特性の優れた磁気記録装置 30 を提供できる。

なお、第 24 図と第 25 図に基づき先に説明した磁気記録装置 30 は磁気記録装置の一例を示すものであり、磁気記録装置に設ける磁気記録媒体の枚数は 1 枚以上の任意の数で良く、また装置に設ける磁気ヘッド 39 の数も 1 個以上であれば任意の数として構わない。さらに、スイングアーム 37 の形状や駆動方式も図面に示すものに限らず、リニア駆動方式等、その他の方式のものでも良いことは言うまでもない。

(実施例)

以下に実施例をあげて本発明をより詳細に説明するが、本発明がこれら実施例に限定されることはない。

(実施例 1) : DS 媒体

本例では、ドライエッチング処理を終えた基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させた後、シード層上に金属下地層及び強磁性金属層を順次堆積させる方法、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程 D (基体に対してドライエッチング処理する工程) 及び工程 S (基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程) からなり、前記工程 D、前記工程 S の順に行われる場合 (請求項 6 に対応: 以下では第一の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。) について説明する。この製造方法により、基体上に少なくともタングステン (W) を含有する島状シード層を設ける効果を確認するため、以下では W のみからなるシード層を備えた媒体を作製した。

本例で媒体作製に用いたスパッタ装置は、アネルバ製のマグネトロンスパッタ装置 (型番 ILC3013: ロードロック式静止対向型) であり、全ての真空チャンバー [仕込/取り出し室 (兼エッチング室), 成膜室 1, 成膜室 2, 成膜室

3] の内壁は、複合電解研磨処理がしてある。第 1 表は、本例の磁気記録媒体を作製する時の成膜条件である。

第 1 表

項 目	設 定 値
<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 基体の材質</li> <li>・ 基体の直径および形状</li> <li>・ 基体の表面形状</li> </ul>	A l - M g 合金 [膜厚 1 0 $\mu$ m の (N i - P) めっき膜付き] 8 9 m m、ディスク形状 テクスチャ無、R a : 7 Å 以下
[共通するプロセス条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 到達真空度</li> <li>・ プロセスガス</li> </ul>	1 0 <sup>-7</sup> [Torr] 台以下 (全室とも同じ) A r (不純物濃度 : 5 ppm 以下)
[ドライエッチング条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・ エッチング時間</li> <li>・ A r ガス圧</li> <li>・ 基体へ印加した R F 電力</li> <li>・ 基体表面の保持温度</li> </ul>	5 [秒] 2 [mTorr] 2 0 0 [W] 2 0 0 [°C]
[シード層の形成条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ターゲットの材料</li> <li>・ A r ガス圧</li> <li>・ 成膜速度</li> <li>・ 膜厚</li> </ul>	W (純度 : 3 N) 5 [mTorr] 2 . 0 [Å / 秒] 1 n m (成膜速度より算出)
[金属下地層の形成条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ターゲットの材料</li> <li>・ A r ガス圧</li> <li>・ 成膜速度</li> </ul>	Cr (純度 : 3 N) 5 [mTorr] 1 2 . 5 [Å / 秒]

・膜厚	1 0 n m (成膜速度より算出)
[強磁性金属層の形成条件]	
・ターゲットの材料	$\text{Co}_{78}\text{Cr}_{17}\text{Ta}_5$ [at%] (純度: 3 N)
・A r ガス圧	5 [mTorr]
・成膜速度	1 5 . 0 [ $\text{\AA}$ /秒]
・膜厚	1 0 n m (成膜速度より算出)

以下に、本例の磁気記録媒体の作製方法について、手順を追って説明する。以下の括弧付き番号は、その手順を表す。

なお、第 1 5 図には、本例に係る第一の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

(A 1) 基体 1 1 としては、内／外径が 2 5 m m / 8 9 m m、厚さが 0 . 8 0 m m のディスク形状をしたアルミニウム合金基板 1 1 a を用い、そのアルミニウム合金基板の表面上には、めっき法により厚さ 1 0  $\mu$  m の (N i - P) 膜 1 1 b を設けた。この (N i - P) 膜の表面は機械的な手法で超平滑研磨されたものであり、従来媒体の基体 5 1 に設けてある同心円状の軽微なキズ（テクスチャー）は付いていない。本例で用いた (N i - P) 膜 1 1 b の表面粗さは平均中心線粗さ R a が 7  $\text{\AA}$  以下であった。

(A 2) 上記基体 1 1 に対して、後述する成膜の前に、機械的および化学的な手法による洗浄処理、及び熱風などによる乾燥処理を行った。

(A 3) 上記の乾燥処理が済んだ基体 1 1 を、スパッタ装置の仕込室に配置された材質がアルミからなる基体ホルダーにセットした。所望の真空排気手段を用いて仕込室の内部を、到達真空度が  $1 0^{-7}$  Torr 台となるまで排気した。その後、基体に対して、赤外線ランプで 2 0 0  $^{\circ}\text{C}$ 、5 分間の加熱処理を行った（前処理工程）。

(A 4) 仕込室（兼エッチング室）内に、不純物濃度が 5 ppm 以下の A r ガスを導入しガス圧を 1 0 mTorr とした後、基体 1 1 に対して R F 電源から所定の電圧を印加し、基体表面をドライエッチングした（中間処理工程の工程 D）。その条

件は、ガス圧力 2 mTorr、印加電力 200 W、処理時間 5 秒とした。

(A 5) エッチング室からシード層作製の成膜室 1 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 11 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成膜室 1 は事前に到達真空度が  $10^{-7}$  Torr 台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と成膜室 1 の間にあるドアバルブは閉じた。シード層作製のターゲットとしては、W (純度：3 N) を用いた。

(A 6) 成膜室 1 の中に Ar ガスを導入し成膜室 1 のガス圧を 5 mTorr とした後、W ターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、W ターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体 11 の表面上に、成膜速度から算出した膜厚が 1 nm の島状 W からなるシード層 12 を形成した (中間処理工程の工程 S)。

(A 7) 成膜室 1 から金属下地層作製の成膜室 2 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 11 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成膜室 2 は事前に到達真空度が  $10^{-7}$  Torr 台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室 1 と成膜室 2 の間にあるドアバルブは閉じた。金属下地層作製のターゲットとしては、Cr (純度：3 N) を用いた。

(A 8) 成膜室 2 の中に Ar ガスを導入し成膜室 2 のガス圧を 5 mTorr とした後、Cr ターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、Cr ターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体の表面上に、金属下地層 13 として膜厚 10 nm の Cr 層を形成した (後処理工程の金属下地層の形成)。

(A 9) Cr 層を形成した後、成膜室 2 から強磁性金属層作製の成膜室 3 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 11 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成膜室 3 は事前に到達真空度が  $10^{-7}$  Torr 台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室 2 と成膜室 3 の間にあるドアバルブは閉じた。強磁性金属層作製のターゲットとしては、78 at% Co, 17 at% Cr, 5 at% Ta からなる合金ターゲット (純度：3 N) を用

いた。

(A10) 成膜室3の中にArガスを導入し成膜室3のガス圧を5mTorrとした後、CoCrTaターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、CoCrTaターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にあるCr層付き基体の表面上に、強磁性金属層14として膜厚10nmのCoCrTa層を形成した(後処理工程の強磁性金属層の形成)。

(A11) CoNiCr層を形成した後、成膜室3から取り出し室に前記の基体ホルダーを移動した。その後、取り出し室にN<sub>2</sub>ガスを導入して大気圧としてから基体を取り出した。

上記工程(A1)～(A11)により、層構成がAl/NiP/W/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料α(W)と呼称する。]の作製を終えた。すなわち、本例で作製した媒体は、Wのみからなるシード層を備えた媒体である。

#### (実施例2)

本例では、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてW<sub>28</sub>Cr<sub>72</sub>合金(純度:3N)を用い、他の点は実施例1と同様として、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料α(WCr)と呼称する。]を作製した。すなわち、本例で作製した媒体は、WCr合金からなるシード層を備えた媒体である。ここで、各元素の後に記載した数字は、その元素の比率を原子%(at%)で表記したものである。

#### (比較例1)

本例では、実施例1のシード層を設けず、他の点は実施例1と同様として、層構成がAl/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気記録媒体[以下では試料α(無)と呼称する。]を作製した。

#### (比較例2)

本例では、実施例1の島状Wシード層の代わりに、平坦な二次元状Wシード層を設け、他の点は実施例1と同様として、層構成がAl/NiP/W/Cr/C

o C r T a からの磁気記録媒体〔以下では試料 $\alpha$  (W f) と呼称する。〕を作製した。その際、Wシード層の膜厚は5 nmとした。

(比較例3)

本例では、実施例1のWターゲットに代えて、シード層を形成するターゲットとしてC r (純度：3 N) を用い、他の点は実施例1と同様として、層構成がA l / N i P / C r / C r / C o C r T a からの磁気記録媒体〔以下では試料 $\alpha$  (C r) と呼称する。〕を作製した。

第2図は、実施例1の媒体作製条件において、基体11上にWシード層12を形成した後、Wシード層12の形態をシード層12の上方より走査電子顕微鏡 (S E M) で観測した写真である。この写真より、Wシード層12は、二次元的な平坦膜ではなく、局所的に点在した形状からなる島状膜であることが明らかとなった。

第3図～7は、本発明に係る第一の製造方法により作製した媒体の強磁性金属層14の表面を透過電子顕微鏡 (T E M) で観測 (倍率：85万倍) したT E M 像から、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の粒径を算出し、その度数分布を纏めたグラフである。第3図は島状のWシード層を設けた媒体〔実施例1の試料 $\alpha$  (W) 〕、第4図は島状のW C r シード層を設けた媒体〔実施例2の試料 $\alpha$  (W C r) 〕、第5図はシード層が無い従来媒体〔比較例1の試料 $\alpha$  (無) 〕、第6図は平坦な二次元状のWシード層を設けた媒体〔比較例2の試料 $\alpha$  (W f) 〕、第7図は島状のC r シード層を設けた媒体〔比較例3の試料 $\alpha$  (C r) 〕、の結果をそれぞれ示す。

第3図～7より、以下の点が明らかとなった。

①基体と金属下地層との間に島状のWシード層を設けた媒体 (第3図) は、シード層の無い従来媒体 (第5図) に比べて、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布が小さくなる。特に、結晶粒径の大きい結晶粒子の数が減少する。

②島状のWシード層にC r を添加した場合 (第4図) には、上記①の傾向が更



に明確となる。

③一方、二次元状の平坦膜からなるWシード層を設けた媒体（第6図）は、シード層の無い従来媒体（第5図）より、平均粒径近傍の結晶粒子の数は増加するが、結晶粒径の大きい結晶粒子の数も増えてしまう。よって、二次元状の平坦膜からなるWシード層を設けた媒体（第6図）には、上記①の効果が無いと判断した。

④また、上記①の傾向は島状のCrシード層を設けた媒体（第7図）では見られない。

第2表は、上述したTEM顕微鏡の観測から求めた、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 $d$  [nm]、磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$  [nm]、及び磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$ をその平均粒径 $d$ で割った値である粒径分散C.V. grain、を各試料ごとに纏めた結果である。また第2表には、VSMで測定した各媒体の保磁力 $H_c$ 、及び、媒体に記録された磁化の経時変化の指標となる残留磁化の変化率 $\Delta M$ も同時に記載した。

第2表

試料名称	平均粒径 $d$ [nm]	標準偏差 $\sigma$ [nm]	粒径分散 C. V. grain	保磁力 $H_c$ [kOe]	経時変化 $\Delta M$ [%/年]
$\alpha$ (W)	9.8	3.23	0.33	1.50	8.7
$\alpha$ (WCr)	9.5	3.10	0.33	1.48	8.5
$\alpha$ (無)	10.8	3.68	0.34	1.53	10.7
$\alpha$ (Wf)	11.5	3.67	0.32	1.50	10.6
$\alpha$ (Cr)	10.6	3.51	0.33	1.55	10.6

第2表から、以下の点が明らかとなった。

⑤基体と金属下地層との間に島状のWシード層を設けた媒体 [ $\alpha$  (W)] は、シード層の無い従来媒体 [ $\alpha$  (無)] に比べて、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 $d$ とその標準偏差 $\sigma$ が同時に小さくなり、かつ、残留磁化の経

時変化 $\Delta M$ も約20%程度少なくなる。しかしながら、その際、媒体の保磁力は殆ど変化することはない。但し、粒径分散C.V. grainには変化が見られない。

⑥Wシード層にCrを添加した場合 $[\alpha(WCr)]$ には、上記④の傾向が更に強まる。

⑦一方、平坦な二次元状のWシード層を設けた媒体 $[\alpha(Wf)]$ では、平均粒径dがシード層の無い従来媒体 $[\beta(\text{無})]$ より増加し、標準偏差 $\sigma$ や粒径分散C.V. grainは変化なく、残留磁化の変化率 $\Delta M$ に関しても改善が見られない。

⑧ところが、上記⑤の傾向は島状のCrシード層を設けた媒体 $[\alpha(Cr)]$ では殆ど見られない。

従って、本発明に係る第一の磁気記録媒体の製造方法、すなわち、ドライエッチング処理を終えた基体11上に少なくともタングステンを含むシード層12を島状に堆積させた後、シード層12上に金属下地層13及び強磁性金属層14を順次堆積させる方法を用いることにより、基体11上に島状膜として設けた少なくともWからなるシード層12は、Co系強磁性金属層14の結晶配向性を制御するCr系金属下地層13の結晶配向性を阻害することなく、その上に形成される金属下地層13の結晶粒子が初期成長する核として機能し、金属下地層13の結晶粒子の小径化をもたらし、更にはその上に形成される強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差を小さくすることが明らかとなった。その結果、残留磁化の経時変化 $\Delta M$ が小さな媒体が得られることが分かった。

そして、この効果は、金属下地層13の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層14の膜厚を変更することなく、シード層12の作製条件によってのみ制御できるので、所望の磁気特性を有する媒体を形成するために、金属下地層13の膜厚や強磁性金属層14の膜厚を自由に設計変更できるという利点をもたらす。

よって、本発明に係る第一の磁気記録媒体の製造方法によれば、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の粒径を小さく保ちながら、各種磁気特性の媒体が容易に製造できるので、媒体設計の自由度が高い製造ラインを構築できる。

## (実施例 3) : S D 媒体

本例では、吸着ガスが残存する基体表面上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させ、次にシード層表面に対してドライエッチング処理を行った後、シード層上に金属下地層及び強磁性金属層を順次堆積させる方法、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程 D（基体に対してドライエッチング処理する工程）及び工程 S（基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程）からなり、前記工程 S、前記工程 D の順に行われる場合（請求項 7 に対応：以下では第二の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。）について説明する。この製造方法により、基体上に少なくともタングステン (W) を含有する島状シード層を設ける効果を確認するため、以下では W のみからなるシード層を備えた媒体を作製した。

本例で媒体作製に用いたスパッタ装置は、実施例 1 と同じアネルバ製のマグネトロンスパッタ装置である。第 3 表は、本例の磁気記録媒体を作製する時の成膜条件である。

第 3 表

項 目	設 定 値
・ 基体の材質	A l - M g 合金 [膜厚 1 0 $\mu$ m の (N i - P) めっき膜付き]
・ 基体の直径および形状	8 9 m m、ディスク形状
・ 基体の表面形状	テクスチャ無、R a : 7 Å 以下
[共通するプロセス条件]	
・ 到達真空度	1 0 <sup>-7</sup> [Torr] 台以下 (全室とも同じ)
・ プロセスガス	A r (不純物濃度 : 5 ppm 以下)
[シード層の形成条件]	
・ ターゲットの材料	W (純度 : 3 N)
・ A r ガス圧	5 [mTorr]

<ul style="list-style-type: none"> <li>・成膜速度</li> <li>・膜厚</li> </ul>	2. 0 [ $\text{\AA}/\text{秒}$ ] 0. 5 nm (成膜速度より算出)
[ドライエッチング条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・エッチング時間</li> <li>・Arガス圧</li> <li>・基体へ印加したRF電力</li> <li>・基体表面の保持温度</li> </ul>	1 0 [秒] 5 [mTorr] 5 0 [W] 2 0 0 [ $^{\circ}\text{C}$ ]
[金属下地層の形成条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・ターゲットの材料</li> <li>・Arガス圧</li> <li>・成膜速度</li> <li>・膜厚</li> </ul>	Cr (純度: 3 N) 5 [mTorr] 1 2. 5 [ $\text{\AA}/\text{秒}$ ] 1 0 nm (成膜速度より算出)
[強磁性金属層の形成条件] <ul style="list-style-type: none"> <li>・ターゲットの材料</li> <li>・Arガス圧</li> <li>・成膜速度</li> <li>・膜厚</li> </ul>	$\text{Co}_{78}\text{Cr}_{17}\text{Ta}_5$ [at%] (純度: 3 N) 5 [mTorr] 1 5. 0 [ $\text{\AA}/\text{秒}$ ] 1 0 nm (成膜速度より算出)

以下に、本例の磁気記録媒体の作製方法について、手順を追って説明する。以下の括弧付き番号は、その手順を表す。

なお、第16図には、本例に係る第二の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

(B1) 基体11としては、内／外径が25 mm／89 mm、厚さが0. 80 mmのディスク形状をしたアルミニウム合金基板11aを用い、そのアルミニウム合金基板の表面上には、めっき法により厚さ10  $\mu\text{m}$ の(Ni-P)膜11bを設けた。この(Ni-P)膜の表面は機械的な手法で超平滑研磨されたものであ

り、従来媒体の基体 5 1 に設けてある同心円状の軽微なキズ（テクスチャー）は付いていない。本例で用いた（N i - P）膜 1 1 b の表面粗さは平均中心線粗さ  $R_a$  が 7 Å 以下であった。

（B 2）上記基体 1 1 に対して、後述する成膜の前に、機械的および化学的な手法による洗浄処理、及び熱風などによる乾燥処理を行った。

（B 3）上記の乾燥処理が済んだ基体 1 1 を、スパッタ装置の仕込室に配置された材質がアルミからなる基体ホルダーにセットした。所望の真空排気手段を用いて仕込室の内部を、到達真空度が  $10^{-7}$  Torr 台となるまで排気した。その後、基体に対して、赤外線ランプで 200℃、5 分間の加熱処理を行った（前処理工程）。

（B 4）仕込室からシード層作製の成膜室 1 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 1 1 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成膜室 1 は事前に到達真空度が  $10^{-7}$  Torr 台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と成膜室 1 の間にあるドアバルブは閉じた。シード層作製のターゲットとしては、W（純度：3N）を用いた。

（B 5）成膜室 1 の中に Ar ガスを導入し成膜室 1 のガス圧を 5 mTorr とした後、W ターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、W ターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体 1 1 の表面上に、成膜速度から算出した膜厚が 0.5 nm の島状 W からなるシード層 1 2 を形成した（中間処理工程の工程 S）。

（B 6）成膜室 1 から仕込室（兼エッチング室）に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 1 1 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。エッチング室内に、不純物濃度が 5 ppm の Ar ガスを導入しガス圧を 10 mTorr とした後、基体 1 2 に対して RF 電源から所定の電圧を印加し、基体表面をドライエッチングした（中間処理工程の工程 D）。その条件は、ガス圧力 5 mTorr、印加電力 50 W、処理時間 10 秒とした。

（B 7）エッチング室から金属下地層作製の成膜室 2 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 1 1 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持

した。但し、成膜室2は事前に到達真空度が $10^{-7}$ Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と成膜室2の間にあるドアバルブは閉じた。金属下地層作製のターゲットとしては、Cr（純度：3N）を用いた。

（B8）成膜室2の中にArガスを導入し成膜室2のガス圧を5mTorrとした後、Crターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、Crターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体の表面上に、金属下地層13として膜厚10nmのCr層を形成した（後処理工程の金属下地層の形成）。

（B9）Cr層を形成した後、成膜室2から強磁性金属層作製の成膜室3に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成膜室3は事前に到達真空度が $10^{-7}$ Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室2と成膜室3の間にあるドアバルブは閉じた。強磁性金属層作製のターゲットとしては、78at%Co，17at%Cr，5at%Taからなる合金ターゲット（純度：3N）を用いた。

（B10）成膜室3の中にArガスを導入し成膜室3のガス圧を5mTorrとした後、CoCrTaターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、CoCrTaターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にあるCr層付き基体の表面上に、強磁性金属層14として膜厚10nmのCoCrTa層を形成した（後処理工程の強磁性金属層の形成）。

（B11）CoNiCr層を形成した後、成膜室3から取り出し室に前記の基体ホルダーを移動した。その後、取り出し室にN<sub>2</sub>ガスを導入して大気圧としてから基体を取り出した。

上記工程（B1）～（B11）により、層構成がAl/NiP/W/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体〔以下では試料β（W）と呼称する。〕の作製を終えた。すなわち、本例で作製した媒体は、Wのみからなるシード層を備えた媒体である。

上記の媒体作製条件において、基体上にWシード層を形成した後、Wシード層の形態をSEM顕微鏡で観測したところ、本例に係るWシード層も実施例1で作製した第2図に示すWシード層と同様の島状であることが確認された。

(実施例4)

本例では、実施例3のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして $W_{54}Cr_{46}$ 合金（純度：3N）を用い、他の点は実施例3と同様として、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体〔以下では試料β（WCr）と呼称する。〕を作製した。すなわち、本例で作製した媒体は、WCr合金からなるシード層を備えた媒体である。ここで、各元素の後に記載した数字は、その元素の比率を原子%（at%）で表記したものである。

(比較例4)

本例では、実施例3のシード層を設けず、他の点は実施例3と同様として、層構成がAl/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気記録媒体〔以下では試料β（無）と呼称する。〕を作製した。

(比較例5)

本例では、実施例3の島状Wシード層の代わりに、平坦な二次元状Wシード層を設け、他の点は実施例3と同様として、層構成がAl/NiP/W/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体〔以下では試料α（Wf）と呼称する。〕を作製した。その際、Wシード層の膜厚は7.5nmとした。

(比較例6)

本例では、実施例3のWターゲットに代えて、シード層を形成するターゲットとしてCr（純度：3N）を用い、他の点は実施例3と同様として、層構成がAl/NiP/Cr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体〔以下では試料β（Cr）と呼称する。〕を作製した。

第8図～12は、本発明に係る第二の製造方法により作製した媒体の強磁性金属層14の表面を透過電子顕微鏡（TEM）で観測（倍率：85万倍）したTEM像から、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の粒径を算出し、その度数分

布を纏めたグラフである。第8図は島状のWシード層を設けた媒体〔実施例3の試料 $\beta$  (W)〕、第9図は島状のWC<sub>r</sub>シード層を設けた媒体〔実施例5の試料 $\beta$  (WC<sub>r</sub>)〕、第10図はシード層が無い従来媒体〔比較例4の試料 $\beta$  (無)〕、第11図は平坦な二次元状のWシード層を設けた媒体〔比較例5の試料 $\beta$  (W<sub>f</sub>)〕、第12図は島状のC<sub>r</sub>シード層を設けた媒体〔比較例6の試料 $\beta$  (C<sub>r</sub>)〕、の結果をそれぞれ示す。

第8図～12より、以下の点が明らかとなった。

①シード層の無い従来媒体（第10図）に比べて、基体と金属下地層との間に島状のWシード層を設けた媒体（第8図）では、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子は、その平均粒径近傍の結晶粒子の数が大幅に増加すると共に、粒径の度数分布も小さくなる。特に、結晶粒径の大きい結晶粒子の数が著しく減少する。

②Wシード層にC<sub>r</sub>を添加した場合（第9図）には、上記①の傾向が更に強まる。

③一方、シード層の無い従来媒体（第10図）に比べて、二次元状の平坦膜からなるWシード層を設けた媒体（第11図）では、結晶粒径の大きい結晶粒子の数が若干減少するが、その平均粒径近傍の結晶粒子の数は低下する。従って、二次元状の平坦膜からなるWシード層を設けた媒体（第11図）には、上記①の効果は見られない。

④シード層の無い従来媒体（第10図）に比べて、島状のC<sub>r</sub>シード層を設けた媒体（第12図）では、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子は、結晶粒径の小さい結晶粒子の数は若干減少するが、上記①とは逆に、平均粒径近傍の結晶粒子の数が減少する傾向が見出された。

第4表は、上述したTEM顕微鏡の観測から求めた、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 $d$  [nm]、磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$  [nm]、及び磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$ をその平均粒径 $d$ で割った値である粒径分散C.V. grain、を各試料ごとに纏めた結果である。また第4表には、VSMで測定した各媒体の保磁力 $H_c$ も同時に記載した。



第 4 表

試料名称	平均粒径 d [nm]	標準偏差 $\sigma$ [nm]	粒径分散 C.V. grain	保磁力 H <sub>c</sub> [kOe]
$\beta$ (W)	8.0	2.52	0.32	1.49
$\beta$ (WCr)	7.7	2.34	0.30	1.50
$\beta$ (無)	10.8	3.68	0.34	1.53
$\beta$ (Wf)	10.7	3.82	0.36	1.47
$\beta$ (Cr)	11.0	3.82	0.35	1.47

第 4 表から、以下の点が明らかとなった。

⑤基体と金属下地層との間に島状の W シード層を設けた媒体 [ $\beta$  (W)] は、シード層の無い従来媒体 [ $\beta$  (無)] に比べて、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 d とその標準偏差  $\sigma$  が同時に著しく低減し、かつ、粒径分散 C.V. grain も減少する。この傾向は、上述した本発明に係る第一の磁気記録媒体の製造方法を用いた場合（実施例 1）より強く現れる。

⑥W シード層に Cr を添加した場合 [ $\beta$  (WCr)] には、上記⑤の傾向が特に強まり、シード層の無い従来媒体 [ $\beta$  (無)] に比べて 30% 程度小さな平均粒径を有する磁性結晶粒子からなる強磁性金属層が得られる。

⑦これに対して、平坦な二次元状の W シード層を設けた媒体 [ $\beta$  (Wf)] では、平均粒径こそシード層の無い従来媒体 [ $\beta$  (無)] と同程度だが、標準偏差  $\sigma$  や粒径分散 C.V. grain は増加し、保磁力 H<sub>c</sub> も若干低いことから、上記⑤の傾向とは逆であることが分かった。

⑧一方、W シード層に Cr を添加した場合 [ $\beta$  (Cr)] には、上記⑤とは逆の傾向、すなわち平均粒径 d、標準偏差  $\sigma$  及び粒径分散 C.V. grain が全て増加する傾向が見出された。

従って、本発明に係る第二の磁気記録媒体の製造方法、すなわち、吸着ガスが残存する基体 11 の表面上に少なくともタングステンを含有するシード層 12

を島状に堆積させ、次にシード層 1 2 の表面に対してドライエッチング処理を行った後、シード層 1 2 上に金属下地層 1 3 及び強磁性金属層 1 4 を順次堆積させる方法を用いることによって、上述した第一の磁気記録媒体の製造方法より微小な島状 W シード層 1 2 を基体 1 1 上に形成できるので、その上に順次堆積させた金属下地層 1 3 及び強磁性金属層 1 4 を構成する結晶粒子も更に小径化がすすむ。

特に、第二の磁気記録媒体の製造方法によれば、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径  $d$ 、標準偏差  $\sigma$  及び粒径分散 C. V. grain の全てを同時に低減でき、この効果は、金属下地層 1 3 の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層 1 4 の膜厚を変更することなく、シード層 1 2 の作製条件によってのみ実現できる。つまり、第二の磁気記録媒体の製造方法を用いれば、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の形態は気にすることなく、金属下地層 1 3 の膜厚や強磁性金属層 1 4 の膜厚を自由に変えることによって、記録ヘッド側が望む所定の磁気特性を有する媒体を容易に作製できる。

#### (実施例 5) : D S O 媒体

本例では、実施例 1 の中間処理工程の後、さらに基体を所定の酸素雰囲気曝す工程 O を行った場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程 D、工程 S、工程 O の順に行われる場合（請求項 9 に対応：以下では第三の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。）について説明する。

なお、第 1 7 図には、本例に係る第三の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

本例では、上記工程 O として、「処理室内を  $3 \times 10^{-9}$  Torr まで減圧後、酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$  Torr の減圧雰囲気において基板表面を酸素で 3 5 秒間暴露する処理条件」を用いた。以後、この処理条件を酸素暴露量 3. 5 L（ラングミュア）と呼称する。

ここで、「L : ラングミュア」は酸素暴露量の指標であり、0 L は酸素暴露なし、1 L は  $1 \times 10^{-7}$  Torr で 1 0 秒の暴露、1. 5 L は  $1 \times 10^{-7}$  Torr で 1 5 秒の

暴露、3.5 Lは $1 \times 10^{-7}$  Torrで35秒の暴露に相当する。なお、1 Lについて、 $1 \times 10^{-6}$  Torrで1秒の暴露でも $1 \times 10^{-7}$  Torrで10秒の暴露と等価な条件となるが、1秒では暴露時間が短すぎて酸素吸着が完全になされない恐れがあることを考慮し、本例では $1 \times 10^{-7}$  Torrで暴露時間35秒とすることによって暴露条件を3.5 Lとした。

具体的には、工程(A6)と工程(A7)との間に次の工程(C5-1)～(C5-3)を追加した。

(C5-1) 成膜室1から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が $10^{-9}$  Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室1と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C5-2) 処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$  Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35秒間暴露した[第17図(c)→(d)]。

(C5-3) 酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を $10^{-9}$  Torr台まで排気後、処理室から金属下地層作製の成膜室2に、前記の基体ホルダーを移動した。

ただし、上記製造方法ではシード層としてWCr膜を用いた。すなわち、実施例2と同様に、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして $W_{28}Cr_{72}$ 合金(純度:3N)を用いた。

他の点は実施例1と同様として、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料γ(DSO)と呼称する。]を製作した。

(実施例6) : SDO媒体

本例では、実施例3の中間処理工程の後、さらに基体を所定の酸素雰囲気曝す工程Oを行った場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程S、工程D、工程Oの順に行われる場合(請求項10に対応:以下では第四の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。)について説明する。

なお、第18図には、本例に係る第四の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

ここで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を $3 \times 10^{-9}$ Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条件（酸素暴露量3.5Lの処理条件）」を用いた。

具体的には、工程（B6）と工程（B7）との間に次の工程（C6-1）～（C6-3）を追加した。

（C6-1）エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、 $200^{\circ}\text{C}$ に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が $10^{-9}$ Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

（C6-2）処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35秒間暴露した[第18図(c)→(d)]。

（C6-3）酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を $10^{-9}$ Torr台まで排気後、処理室から金属下地層作製の成膜室2に、前記の基体ホルダーを移動した。

ただし、上記製造方法ではシード層としてWCr膜を用いた。すなわち、実施例4と同様に、実施例3のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして $\text{W}_{28}\text{Cr}_{72}$ 合金（純度：3N）を用いた。

他の点は実施例3と同様として、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料γ(SDO)と呼称する。]を作製した。

（実施例7）：DOS媒体

本例では、実施例1の中間処理工程を構成する工程Dと工程Sとの間に、基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを行った場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程D、工程O、工程Sの順に行われる場合（請求項11に対応：以下

では第五の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。) について説明する。

なお、第19図には、本例に係る第五の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

ここで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を $3 \times 10^{-9}$ Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条件（酸素暴露量3.5Lの処理条件）」を用いた。

具体的には、工程(A4)と工程(A5)との間に次の工程(C7-1)～(C7-3)を追加した。

(C7-1) エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、 $200^{\circ}\text{C}$ に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が $10^{-9}$ Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C7-2) 処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35秒間暴露した[第19図(b)→(c)]。

(C7-3) 酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を $10^{-9}$ Torr台まで排気後、処理室からシード層作製用の成膜室1に、前記の基体ホルダーを移動した。

ただし、上記製造方法ではシード層としてWCr膜を用いた。すなわち、実施例2と同様に、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして $\text{W}_{28}\text{Cr}_{72}$ 合金（純度：3N）を用いた。

他の点は実施例1と同様として、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料γ(DOS)と呼称する。]を作製した。

(実施例8)：DOSD媒体

本例では、実施例1の中間処理工程を構成する工程Dと工程Sとの間に、基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを行うとともに、工程Sの後で再度工程Dを行

う場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程D、工程O、工程S、工程Dの順に行われる場合（請求項12に対応：以下では第六の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。）について説明する。

なお、第20図には、本例に係る第六の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

ここで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を $3 \times 10^{-9}$ Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条件（酸素暴露量3.5Lの処理条件）」を用いた。

具体的には、工程（A4）と工程（A5）との間に次の工程（C8-1）～（C8-3）を追加するとともに、工程（A6）と工程（A7）との間に次の工程（C8-4）～（C8-6）を追加した。

（C8-1）エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、 $200^{\circ}\text{C}$ に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が $10^{-9}$ Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

（C8-2）処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35秒間暴露した〔第20図（b）→（c）〕。

（C8-3）酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を $10^{-9}$ Torr台まで排気後、処理室からシード層作製用の成膜室1に、前記の基体ホルダーを移動した。

（C8-4）シード層12を形成した成膜室1からエッチング室内に、前記の基体ホルダーを移動した。

（C8-5）エッチング室内に、不純物濃度が5ppm以下のArガスを導入しガス圧を10mTorrとした後、基体11に対してRF電源から所定の電圧を印加し、基体表面をドライエッチングした〔第20図（d）→（e）〕。その条件は、ガス圧力2mTorr、印加電力200W、処理時間5秒とした。

(C 8-6) エッチング処理後、エッチング室から金属下地層作製の成膜室 2 に、前記の基体ホルダーを移動した。

ただし、上記製造方法ではシード層として W C r 膜を用いた。すなわち、実施例 2 と同様に、実施例 1 の W ターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして  $W_{28}C r_{72}$  合金（純度：3 N）を用いた。

他の点は実施例 1 と同様として、層構成が A l / N i P / W C r / C r / C o C r T a からなる磁気記録媒体〔以下では試料  $\gamma$  (D O S D) と呼称する。〕を作製した。

(実施例 9) : D O S D O 媒体

本例では、実施例 1 の中間処理工程を構成する工程 D と工程 S との間に、基体を所定の酸素雰囲気曝す工程 O を行うとともに、工程 S の後で再度工程 D と工程 O を順次行う場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工程 D、工程 O、工程 S、工程 D、工程 O の順に行われる場合（請求項 13 に対応：以下では第七の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。）について説明する。

なお、第 21 図には、本例に係る第七の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

ここで、上記工程 O としては、実施例 5 と同じ処理条件、すなわち「処理室内を  $3 \times 10^{-9}$  Torr まで減圧後、酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$  Torr の減圧雰囲気において基板表面を酸素で 3.5 秒間暴露する処理条件（酸素暴露量 3.5 L の処理条件）」を用いた。

具体的には、工程 (A 4) と工程 (A 5) との間に次の工程 (C 9-1) ~ (C 9-3) を追加するとともに、工程 (A 6) と工程 (A 7) との間に次の工程 (C 9-4) ~ (C 9-8) を追加した。

(C 9-1) エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 11 は、赤外線ランプにて、 $200^{\circ}\text{C}$  に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が  $10^{-9}$  Torr 台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C 9 - 2) 処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基体 1 1 の表面を酸素で 3 5 秒間暴露した[第 2 1 図(b) → (c)]。

(C 9 - 3) 酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を  $10^{-9}$ Torr 台まで排気後、処理室からシード層作製の成膜室 1 に、前記の基体ホルダーを移動した。

(C 9 - 4) シード層 1 2 を形成した成膜室 1 からエッチング室内に、前記の基体ホルダーを移動した。

(C 9 - 5) エッチング室内に、不純物濃度が 5 ppm 以下の Ar ガスを導入しガス圧を 1 0 mTorr とした後、基体 1 1 に対して RF 電源から所定の電圧を印加し、基体表面をドライエッチングした[第 2 1 図(d) → (e)]。その条件は、ガス圧力 2 mTorr、印加電力 2 0 0 W、処理時間 5 秒とした。

(C 9 - 6) エッチング処理後、エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 1 1 は、赤外線ランプにて、2 0 0 °C に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が  $10^{-9}$ Torr 台まで排気しており、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるダブルバルブは閉じた。

(C 9 - 7) 処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 $1 \times 10^{-7}$ Torrの減圧雰囲気において基体 1 1 の表面を酸素で 3 5 秒間暴露した[第 2 1 図(e) → (f)]。

(C 9 - 8) 酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を  $10^{-9}$ Torr 台まで排気後、処理室から金属下地層作製の成膜室 2 に、前記の基体ホルダーを移動した。

ただし、上記製造方法ではシード層として WC r 膜を用いた。すなわち、実施例 2 と同様に、実施例 1 の W ターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして  $W_{28}C r_{72}$  合金 (純度 : 3 N) を用いた。

他の点は実施例 1 と同様として、層構成が Al / Ni P / WC r / Cr / Co Cr Ta からなる磁気記録媒体 [以下では試料  $\gamma$  (DOSDO) と呼称する。] を作製した。



第5表は、実施例1と同様のTEM顕微鏡の観測から求めた、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 $d$  [nm]、磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$  [nm]、及び磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$ をその平均粒径 $d$ で割った値である粒径分散C.V. grain、を、実施例5～9で作製した各試料ごとにまとめた結果である。

また第5表には、VSMで測定した各媒体の保磁力 $H_c$ 、及び、媒体に記録された磁化の経時変化の指標となる残留磁化の変化率 $\Delta M$ も同時に記載した。

さらに第5表には、比較のために、上述した3つの試料 $\alpha$ （無）、 $\alpha$ （WCr）及び $\beta$ （WCr）の結果も合わせて示した。以下に、これらの試料の作製条件を再度まとめて説明する。

試料 $\alpha$ （無）とは、実施例1のシード層を設けず、他の点は実施例1と同様とした、層構成がAl/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気記録媒体である。つまり、比較例1で作製した媒体である。

試料 $\alpha$ （WCr）とは、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして $W_{28}Cr_{72}$ 合金（純度：3N）を用い、他の点は実施例1と同様とした、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体である。つまり、中間処理工程が工程Dとそれに続く工程Sからなり、シード層がWCr膜であることから、その名称を試料 $\gamma$ （DS）と置き換えることができる試料である。

試料 $\beta$ （WCr）とは、実施例3のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして $W_{54}Cr_{46}$ 合金（純度：3N）を用い、他の点は実施例3と同様とした、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体である。つまり、中間処理工程が工程Sとそれに続く工程Dからなり、シード層がWCr膜であることから、その名称を試料 $\gamma$ （SD）と置き換えることができる試料である。

すなわち、第5表の各試料は、基体としてNiPめっき層で被覆したAl基板を用いた点が共通である。また試料 $\alpha$ （無）以外の試料は、シード層として同一組成のWCr膜を備えている。つまり、 $\alpha$ （無）は比較例1の試料、 $\alpha$ （WCr）＝

$\gamma$  (DS) は実施例 2 の試料、 $\beta$  (WCr) =  $\gamma$  (SD) は実施例 4 の試料、 $\gamma$  (DS0) は実施例 5 の試料、 $\gamma$  (SD0) は実施例 6 の試料、 $\gamma$  (DOS) は実施例 7 の試料、 $\gamma$  (DOSD) は実施例 8 の試料、 $\gamma$  (DOSD0) は実施例 9 の試料である。

第 5 表

試料名称	平均粒径 d [nm]	標準偏差 $\sigma$ [nm]	粒径分散 C. V. grain	保磁力 Hc [kOe]	経時変化 $\Delta M$ [%/年]
$\alpha$ (無)	10.8	3.68	0.34	1.53	10.7
$\alpha$ (WCr)	9.5	3.10	0.33	1.48	8.5
= $\gamma$ (DS)					
$\beta$ (WCr)	7.7	2.34	0.30	1.50	---
= $\gamma$ (SD)					
$\gamma$ (DS0)	7.5	2.35	0.31	1.45	8.2
$\gamma$ (SD0)	7.3	2.22	0.30	1.40	8.0
$\gamma$ (DOS)	7.3	2.10	0.29	1.46	7.9
$\gamma$ (DOSD)	7.5	2.04	0.27	1.60	7.3
$\gamma$ (DOSD0)	7.2	1.85	0.26	1.47	7.0

第 5 表から、以下の点が明らかとなった。

[ $\alpha$  (WCr) と  $\gamma$  (DS0) の比較、 $\beta$  (WCr) と  $\gamma$  (SD0) の比較]

(I) 工程 D (ドライエッチング) および工程 S (シード層形成) からなる中間処理工程の後に、工程 O (酸素暴露) を追加すると、工程 D と工程 S を行う順番に関係なく、ほぼ全ての評価 (d、 $\sigma$ 、C. V. grain、 $\Delta M$ ) が改善する。ただ、Hc のみ若干低下したように見えるが、製造上のばらつきの範囲内である。

(II) 特に、 $\gamma$  (DS0) の場合 [ $\alpha$  (WCr) に工程 O を追加した場合] は、平均粒径が 9.5 から 7.5 に減少するとともに、標準偏差も 3.10 から 2.35 となり、2 つの評価因子が同時に 20 % 以上も改善する。

(III) ただし、工程 D → 工程 S → 工程 O の順に行う場合 [ $\gamma$  (DS0)] より、工程

S → 工程 D → 工程 O の順に行う場合 [  $\gamma$  (SDO) ] の方が、より平均粒径と標準偏差が小さくなる傾向を示し、この傾向は工程 O の導入前と同じである。

[  $\gamma$  (DSO) 又は  $\gamma$  (SDO) と  $\gamma$  (DOS) との比較 ]

(IV) 工程 D (ドライエッチング) の後に工程 O (酸素暴露) を行ってから工程 S (シード層形成) をした方 [  $\gamma$  (DOS) の場合 ] が、工程 D と工程 S の後に工程 O を行う [  $\gamma$  (DSO) 又は  $\gamma$  (SDO) の場合 ] より、さらに全ての評価が良好となる。

[  $\gamma$  (DOS) と  $\gamma$  (DOSD) 又は  $\gamma$  (DOSDO) との比較 ]

(V)  $\gamma$  (DOS) に、第 2 の工程 D (ドライエッチング) を加えたり [  $\gamma$  (DOSD) の場合 ] 、第 2 の工程 D (ドライエッチング) の他に第 2 の工程 O (酸素暴露) を追加すること [  $\gamma$  (DOSDO) の場合 ] によって、標準偏差はさらに小さくなり、経時変化もより一層改善する。

従って、上記①から、中間処理工程が工程 D 及び工程 S に加え、基体 1 1 を所定の酸素雰囲気曝す工程 O を具備することによって、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差が小さくなり、その結果、残留磁化の経時変化  $\Delta M$  の小さな媒体が得られることが分かった。

これは、工程 O によって、島状形状からなるシード層 1 2 も含めた基体 1 1 の表面上に、適度に吸着させた酸素が、その上に堆積する Cr を主成分とする金属下地層 1 3 の結晶粒の粗大化を抑制するので、その上に形成させた Co 基合金からなる強磁性金属層 1 4 の結晶粒も粗大化が抑えられ、粒径が小型化したものと推定される。

ところで、本発明で用いている層構成の媒体、すなわち基体 1 1 上に Cr を主成分とする金属下地層 1 3 を介して Co 基合金からなる強磁性金属層 1 4 が形成されてなる磁気記録媒体では、金属下地層 1 3 を構成する Cr 膜が (200) 配向し、その上に強磁性金属層 1 4 がエピタキシャル成長して (110) 配向しながら生成するので、金属下地層 1 3 の結晶配向性でもって強磁性金属層 1 4 の配向性を良好にすることができる、ことが広く知られている。

しかるに、工程 O を導入によって保磁力の大幅な低下も見られないことから、

この適度に吸着させた酸素は、磁気特性の劣化要因として影響することなく、強磁性金属層 1 4 をなす結晶粒の小型化にのみ寄与したと思われる。つまり、本発明に係る工程 O の導入は、金属下地層 1 3 の結晶配向性を劣化させ、ひいては強磁性金属層 1 4 の配向性の低下をもたらすことなく、強磁性金属層 1 4 を構成する結晶粒の小型化を図ることができるので、低ノイズ化に適した微細化した結晶組織を有する磁気記録媒体の提供が可能となる。

また、上記④より、中間処理工程を工程 D の後で工程 O を行い、次に工程 S を実施する効果が分かる。つまり、高真空排気を行った後でも基体 1 1 の表面には若干量の吸着物、具体的には酸素、窒素、水あるいは有機物などが存在しており、その量は不安定なものと考えられる。したがって、最初に工程 D によりこの吸着物を除去し、清浄な基体 1 1 の表面を作り出す。次いで、工程 O により、この清浄化を図った基体 1 1 の表面上に、付着度合いを制御しながら酸素を適宜吸着させる。最後に、工程 S によって、この付着させた酸素の影響を受けながらシード層 1 2 を形成する。その結果、島状膜からなるシード層 1 2 は、島の大きさが小型で、島の大きさにばらつきが少なく、隣接する島同士の間隔も揃った、形態が得られやすいものと推定される。このようにサイズの均一化が図れた島状のシード層 1 2 が存在する基体 1 1 上に、金属下地層 1 3、強磁性金属層 1 4 が順次積層されるので、全ての評価 ( $d$ 、 $\sigma$ 、C.V.grain、 $\Delta M$ ) がさらに改善されたと考えられる。

さらに、上記⑤より、工程 D、工程 O、工程 S の順に行った中間処理工程に、さらに第 2 の工程 D (ドライエッチング) を加えることで、島状シード層 1 2 の形成プロセスで生じた表面に残存する付着物を取り除くことができる。その後、島状シード層 1 2 を備え、最表面の清浄化も十分に図った基体 1 1 上に、金属下地層 1 3、強磁性金属層 1 4 を順次堆積させることが可能となる。その結果、金属下地層 1 3 とその上の強磁性金属層 1 4 は、シード層 1 2 の表面に残存する付着物の影響をほとんど受けることなく、シード層 1 2 が島状形態であるという作用のみ強く反映した薄膜成長を行うことができる。つまり、第 2 の工程 D を設け

た中間処理工程を用いることにより、さらに強磁性金属層 1 4 を構成する磁性粒の小型化が進み、その粒径のバラツキも小さくできる。

そして、上記第 2 の工程 D（ドライエッチング）の後に、さらに第 2 の工程 O（酸素暴露）を追加した場合は、第 2 の工程 D により清浄化された島状シード層 1 2 を備えた基体 1 1 上に、付着度合いを制御しながら酸素を適宜吸着させた状態を作り出すことができる。そして、次にこのような表面状態にある基体 1 1 上に、金属下地層 1 3、強磁性金属層 1 4 を順次堆積させる。その結果、島状形状からなるシード層 1 2 も含めた基体 1 1 の表面上に、適度に吸着させた酸素が、その上に堆積する金属下地層 1 3 の結晶粒の粗大化をさらに抑制し、その上に積層させた強磁性金属層 1 4 の結晶粒の粗大化もより一層抑えられるので、磁性粒の小型化が図れるとともに粒径のバラツキもさらに小さくなった。その結果、残留磁化の経時変化  $\Delta M$  がさらに改善された媒体が得られたものと考えられる。

上述した効果は、全て、金属下地層 1 3 の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層 1 4 の膜厚を変更することなく、中間処理工程の条件によってのみ制御できるので、所望の磁気特性を有する媒体を形成するために、金属下地層 1 3 の膜厚や強磁性金属層 1 4 の膜厚を自由に設計変更できるという利点をもたらす。

したがって、本発明に係る第三から第六の磁気記録媒体の製造方法によれば、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の粒径のさらなる小型化を図りつつ、各種磁気特性の媒体が容易に製造できるので、媒体設計の自由度が格段と向上した製造ラインを構築できる。

#### （実施例 10）：MD 媒体

本例では、基体として、通常の Ni P めっき層で被覆した Al 基板に代えて、Co を共析させた Ni P めっき層で被覆した Al 基板（M 基体と呼称する）を用いる以外は、比較例 1 と同様として、層構成が Al / Ni P Co / Cr / Co Cr Ta からなる磁気記録媒体 [以下では試料  $\delta$  (MD) と呼称する。] を作製した。

つまり、本例に係る試料  $\delta$  (MD) と比較例 1 に係る試料  $\alpha$  (無) との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2 つの試

料を比較することで、基体依存性（すなわちN i P層にC oを共析させた効果）を調べることができる。

なお、第22図には、本例に係るC o共析N i P/A l基板を用い、比較例1に示した製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

（実施例11）：MDS媒体

本例では、基体として、通常のN i Pめっき層で被覆したA l基板に代えて、C oを共析させたN i Pめっき層で被覆したA l基板（M基体）を用いる以外は、実施例2と同様として、層構成がA l/N i P C o/W C r/C r/C o C r T aからなる磁気記録媒体〔以下では試料 $\delta$ （MDS）と呼称する。〕を作製した。

つまり、本例に係る試料 $\delta$ （MDS）と実施例2に係る試料 $\alpha$ （W C r）との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら2つの試料を比較することで、基体依存性（すなわちN i P層にC oを共析させた効果）を調べることができる。

（実施例12）：MSD媒体

本例では、基体として、通常のN i Pめっき層で被覆したA l基板に代えて、C oを共析させたN i Pめっき層で被覆したA l基板（M基体）を用いる以外は、実施例4と同様として、層構成がA l/N i P C o/W C r/C r/C o C r T aからなる磁気記録媒体〔以下では試料 $\delta$ （MSD）と呼称する。〕を作製した。

つまり、本例に係る試料 $\delta$ （MSD）と実施例4に係る試料 $\beta$ （W C r）との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら2つの試料を比較することで、基体依存性（すなわちN i P層にC oを共析させた効果）を調べることができる。

（実施例13）：MDS O媒体

本例では、基体として、通常のN i Pめっき層で被覆したA l基板に代えて、C oを共析させたN i Pめっき層で被覆したA l基板（M基体）を用いる以外は、実施例5と同様として、層構成がA l/N i P C o/W C r/C r/C o C r T

a からなる磁気記録媒体〔以下では試料  $\delta$  (MDS0) と呼称する。〕を作製した。

つまり、本例に係る試料  $\delta$  (MDS0) と実施例 5 に係る試料  $\gamma$  (MDS0) との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2 つの試料を比較することで、基体依存性 (すなわち Ni P 層に Co を共析させた効果) を調べることができる。

(実施例 14) : MSD0 媒体

本例では、基体として、通常の Ni P めっき層で被覆した Al 基板に代えて、Co を共析させた Ni P めっき層で被覆した Al 基板 (M 基体) を用いる以外は、実施例 6 と同様として、層構成が Al / Ni P Co / WCr / Cr / CoCrTa からなる磁気記録媒体〔以下では試料  $\delta$  (MSD0) と呼称する。〕を作製した。

つまり、本例に係る試料  $\delta$  (MSD0) と実施例 6 に係る試料  $\gamma$  (MSD0) との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2 つの試料を比較することで、基体依存性 (すなわち Ni P 層に Co を共析させた効果) を調べることができる。

(実施例 15) : MDOS 媒体

本例では、基体として、通常の Ni P めっき層で被覆した Al 基板に代えて、Co を共析させた Ni P めっき層で被覆した Al 基板 (M 基体) を用いる以外は、実施例 7 と同様として、層構成が Al / Ni P Co / WCr / Cr / CoCrTa からなる磁気記録媒体〔以下では試料  $\delta$  (MDOS) と呼称する。〕を作製した。

つまり、本例に係る試料  $\delta$  (MDOS) と実施例 7 に係る試料  $\gamma$  (MDOS) との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2 つの試料を比較することで、基体依存性 (すなわち Ni P 層に Co を共析させた効果) を調べることができる。

なお、第 23 図には、本例に係る Co 共析 Ni P / Al 基板を用い、実施例 7 に示した第五の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した。

(実施例 16) : MDOSD 媒体

本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆したAl基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層で被覆したAl基板(M基体)を用いる以外は、実施例8と同様として、層構成がAl/NiPCo/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料 $\delta$ (MDOSD)と呼称する。]を作製した。

つまり、本例に係る試料 $\delta$ (MDOSD)と実施例8に係る試料 $\gamma$ (MDOSD)との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわちNiP層にCoを共析させた効果)を調べることができる。

(実施例17): MDOSD媒体

本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆したAl基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層で被覆したAl基板(M基体)を用いる以外は、実施例9と同様として、層構成がAl/NiPCo/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料 $\delta$ (MDOSD0)と呼称する。]を作製した。

つまり、本例に係る試料 $\delta$ (MDOSD0)と実施例9に係る試料 $\gamma$ (MDOSD0)との差は、基体の種類のみ異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわちNiP層にCoを共析させた効果)を調べることができる。

第6表は、実施例1と同様のTEM顕微鏡の観測から求めた、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 $d$ [nm]、磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$ [nm]、及び磁性結晶粒子の標準偏差 $\sigma$ をその平均粒径 $d$ で割った値である粒径分散C.V.grain、を、実施例10～17で作製した各試料ごとにまとめた結果である。

また第6表には、VSMで測定した各媒体の保磁力 $H_c$ 、及び、媒体に記録された磁化の経時変化の指標となる残留磁化の変化率 $\Delta M$ も同時に記載した。

さらに第6表には、比較のために、上述した試料 $\alpha$ (無)の結果も合わせて示した。以下に、この試料の作製条件を再度説明する。

試料 $\alpha$ (無)とは、実施例1のシード層を設けず、他の点は実施例1と同様と



した、層構成がAl/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気記録媒体である。つまり、比較例1で作製した媒体である。

すなわち、第5表の各試料は、基体が通常のNiPめっき層で被覆したAl基板の場合を示すのに対して、第6表の各試料は、基体がCoを共析させたNiPめっき層で被覆したAl基板の場合である。したがって、括弧内の名称が同じ $\gamma$ と $\delta$ を比較することによって、基板依存性が読み取れる。

第6表

試料名称	平均粒径 d [nm]	標準偏差 $\sigma$ [nm]	粒径分散 C. V. grain	保磁力 Hc[kOe]	経時変化 $\Delta M$ [%/年]
$\alpha$ (無)	10.8	3.68	0.34	1.53	10.7
$\delta$ (MD)	8.9	2.98	0.33	1.48	8.5
$\delta$ (MDS)	8.2	2.56	0.31	1.47	8.2
$\delta$ (MSD)	7.6	2.10	0.28	1.43	7.7
$\delta$ (MDSO)	7.2	1.98	0.28	1.45	7.6
$\delta$ (MSDO)	7.0	1.85	0.26	1.37	7.3
$\delta$ (MDOS)	6.8	1.70	0.25	1.39	7.3
$\delta$ (MDOSD)	7.0	1.62	0.23	1.50	7.0
$\delta$ (MDOSDO)	6.6	1.50	0.23	1.44	6.8

第6表から、以下の点が明らかとなった。

[ $\alpha$  (無)と $\delta$  (MD)との比較]

(I) 基体の表面被覆層11cをCo共析NiP膜とした場合 [ $\delta$  (MD) : 第22図] は、NiP膜からなる被覆層11bを備えた従来基板 [ $\alpha$  (無) : 第14図] に比べて、平均粒径dと標準偏差 $\sigma$ は15%以上も小さくなり、経時変化も10.7から8.5へ大幅に改善される。

(II) 上記 $\delta$  (MD)における平均粒径d = 8.9と標準偏差 $\sigma$  = 2.98という数値は、従来基板に工程S (シード層形成) を導入した $\gamma$  (DS)で得られた数値 (第

5 表 :  $d = 9.5$ 、 $\sigma = 3.10$  より小さなものである。

[ $\delta$  (MD) と  $\delta$  (MDS) 又は  $\delta$  (MSD) の比較]

(III) C o 共析 N i P 膜を有する基体の場合も、基体 1 1 と C r 下地層 1 3 との間にシード層 1 2 (工程 S) を設けることにより、ほぼ全ての評価 ( $d$ 、 $\sigma$ 、C. V. grain、 $\Delta M$ ) がさらに改善される。

(IV) ただし、工程 D の後に工程 S を行った  $\delta$  (MDS) に比べて、工程 S の次に工程 D を実施した  $\delta$  (MSD) の方が、その改善度は高い。

[ $\delta$  (MDS) と  $\delta$  (MDS0) の比較、 $\delta$  (MSD) と  $\delta$  (MSD0) の比較]

(V) C o 共析 N i P 膜を有する基体の場合も、工程 D (ドレーエッチング) および工程 S (シード層形成) からなる中間処理工程の後に、工程 O (酸素暴露) を追加すると、工程 D と工程 S を行う順番に関係なく、ほぼ全ての評価 ( $d$ 、 $\sigma$ 、C. V. grain、 $\Delta M$ ) が改善する。ただ  $H_c$  のみ若干低下したように見えるが、これは製造上のばらつきの範囲内である。

(VI) ただし、工程 D  $\Rightarrow$  工程 S  $\Rightarrow$  工程 O の順に行う場合 [ $\delta$  (MDS0)] より、工程 S  $\Rightarrow$  工程 D  $\Rightarrow$  工程 O の順に行う場合 [ $\delta$  (MSD0)] の方が、 $H_c$  以外のほぼ全ての評価において小さくなる傾向を示し、この傾向は工程 O の導入前と同じである。

[ $\delta$  (MDS0) 又は  $\delta$  (MSD0) と  $\delta$  (MDOS) の比較]

(VII) C o 共析 N i P 膜を有する基体の場合も、工程 D (ドレーエッチング) の後に工程 O (酸素暴露) を行ってから工程 S (シード層形成) をした方 [ $\delta$  (MDOS) : 第 2 3 図] が、工程 D と工程 S の後に工程 O を行う [ $\delta$  (MDS0)、 $\delta$  (MSD0)] より、さらに全ての評価が良好となる。

[ $\delta$  (MDOS) と  $\delta$  (MDOSD) 又は  $\delta$  (MDOSD0) の比較]

(VIII) C o 共析 N i P 膜を有する基体の場合も、 $\delta$  (MDOS) に、第 2 の工程 D を加えたり [ $\delta$  (MDOSD) の場合]、第 2 の工程 D の他に第 2 の工程 O を追加すること [ $\delta$  (MDOSD0) の場合] によって、標準偏差はさらに小さくなり、経時変化もより一層改善される。

さらに、第 5 表 (被覆層が N i P 膜からなる従来基板) と第 6 表 (被覆層が C

o 共析NiP膜からなる基板)とを比較して、以下の点が明らかとなった。(IX) 中間処理工程を同じ条件で比較した場合[例:  $\gamma$  (DOS)と $\delta$  (MDOS)を比較]は、被覆層がCo共析NiP膜からなる基体の方が、被覆層がNiP膜からなる従来の基体より、全ての評価が良好となる。

従って、上記①から、Co共析NiP膜を被覆層11aとした基体11は、NiP膜を被覆層とする従来の基体[第14図(d)]より、磁性粒が小さくかつ粒径の均一な強磁性金属層を形成できる[第22図(d)]ので、経時変化も小さな媒体を容易に作製できる。

また、Co共析NiP膜を被覆層11aとした基体11を用いた場合でも、本発明に係る各種の中間処理工程は有効に作用し、低ノイズで長期安定性にも優れた媒体の作製に適用できることが明らかとなった。

この結果は、NiP膜の表面に点在して露出するCoに起因して、被覆層11cのCo露出部に相当する箇所の上に、酸素などからなる吸着ガス19が残存している[第22図(b)]と考えられる。つまり、この表面に存在するCoが吸着ガス19の吸着サイトとして機能し、その上に堆積される金属下地層13を構成するCr粒子13aが、基体11の面内方向(横方向)への成長を阻害し、基体11の垂直方向(縦方向すなわち膜厚方向)への成長を促進する。そのため、従来の基体上に形成されたCr粒子[第14図(c)の54a]に比べて、粒径の細かいCr粒子の成長が生じる[第22図(c)の13a]。そして、このように粒径が小さくなったCr膜13上に、Co膜14が堆積されるため、Cr粒子13aの粒径を反映してCo粒子14aも小型したもの[第22図(d)]と考えられる。

特に、Co共析NiP膜からなる被覆層11cを有する基体11を用いて、工程D(ドライエッチング)の後に工程O(酸素暴露)を行ってから工程S(シード層形成)を行った場合[ $\delta$  (MDOS): 第23図]は、最初の工程Dによって基体の被覆膜11c上に残存する吸着ガス15を十分に取り除いた後で、適当な条件による工程Oを実施することにより、第22図の場合[ $\delta$  (MD)]に比べて、被覆

膜 1 1 c 上に吸着ガス 2 0 をより局在して均一に付着させることができる。次に、その上に形成されるシード層 1 2 は吸着ガス 2 0 の残存しない部分に積極的に堆積されるので、単位面積あたりに生じる島の数が増えるとともに、形成された島が単位面積あたりにより均一に分布する傾向となる。続いて、このような島状シード層の上に形成される金属下地層 1 3 をなす C r 膜は、さらに結晶粒 1 3 a の平均粒径が小さく、粒径のバラツキも少なくなる。したがって、このように成長した金属下地層 1 3 の結晶形態を反映して、その上に形成させた強磁性金属層 1 4 をなす磁性膜の結晶粒 1 4 a も、平均粒径がさらに低減し、粒径分散も小さくなった。

このような理由から、C o 共析 N i P 膜を被覆層 1 1 c とした基体の方が、磁性粒が小さくかつ粒径の均一な強磁性金属層を備えた媒体が得られたと、本発明者は考察している。

したがって、上述した本発明に係る全ての製造方法では、基体 1 1 として、従来の基体（A l 合金基板 1 1 a と N i P 被覆膜 1 1 b からなる基体）に代えて、非磁性基板 1 1 a と被覆膜 1 1 c から構成され、被覆膜 1 1 c がニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなる基体を用いることによって、ほぼ全ての評価（ $d$ 、 $\sigma$ 、C.V. grain、 $\Delta M$ ）がさらに向上することが明らかとなった。

上記実施例では、ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素としてコバルト（C o）を例にとって詳述したが、コバルト以外に同様の特性を備えた元素としては、例えばリン、タングステン、鉄、バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブデン、パラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコニウム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオブ、タンタルが挙げられる。

上述した作用および効果が得られるためには、上記の元素から 1 種を選択して用いても良いし、あるいは 2 種以上の元素を採用しても構わないことは言うまでもない。

## 産業上の利用可能性

以上説明したように、本発明によれば、基体 1 1 と金属下地層 1 3 との間に、少なくとも W を含有する島状シード層 1 2 を設けたことにより、金属下地層 1 3 上に形成した強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の小径化が図れ、かつその粒径のばらつきを抑制した磁気記録媒体が得られる。この傾向は、シード層 1 2 をなす W に適当量の Cr を含有させることにより更に強まる。

従って、上記シード層 1 2 を備えることにより、記録層をなす強磁性金属層 1 4 における粒間相互作用の局所的なばらつきが少ないので、高記録密度化に伴い記録層に書き込まれる記録磁化がさらに微小になっても、記録磁化が熱擾乱の影響を受けにくい磁気記録媒体の提供が可能となる。

上記効果は、金属下地層 1 3 の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層 1 4 の膜厚を変更することなく、シード層 1 2 の作製条件によってのみ実現できるので、各種磁気特性を実現するために金属下地層 1 3 や強磁性金属層 1 4 の膜厚を自由に変更できるという利点をもたらす。

また、本発明に係る媒体は、基体 1 1 にバイアスを印加することなく形成できるため、例えば平坦性に優れる絶縁性のガラスを基体 1 1 として利用できる。

さらに、基体 1 1 の表層をなす被覆層 1 1 b を、従来の Ni P 膜に代えて Co 共析 Ni P 膜とした媒体では、その上に形成されるシード層 1 2 を構成する結晶粒の面内方向への成長を阻害し、垂直方向への成長を促進するので、基体 1 1 上に形成されるシード層の粒径が低減する。これを反映して、その上に形成される金属下地層 1 3 の粒径も小さくなり、さらにその上に積層される強磁性金属層 1 4 の結晶粒も小型化する。従って、Co 共析 Ni P 膜を被覆層 1 1 b とした基体 1 1 を用いることによって、Ni P 膜を被覆層とする従来の基体より、磁性粒が小さくかつ粒径の均一な強磁性金属層を形成できるので、経時変化の小さな媒体が容易に得られる。

本発明に係る磁気記録媒体の製造方法によれば、中間処理工程として工程 D 及び工程 S を備えたことによって、強磁性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平

均粒径及びその標準偏差が小さくなり、その結果、残留磁化の経時変化  $\Delta M$  の小さな媒体が得られることが分かった。また本発明に係る製造方法では、成膜室の到達真空度として  $10^{-9}$  [Torr] 台を要求する超清浄プロセスを用いなくても、従来量産機で利用されている  $10^{-7}$  [Torr] 台という成膜室の到達真空度において、強磁性金属層 14 を構成する磁性結晶粒子の小型化が図れる。従って、従来量産機を転用できることから、次世代の高記録密度化に対応できる媒体を安価に製造できる量産システムを容易に構築できる。

また、本発明に係る製造方法を用いれば、成膜中に基体 11 へバイアス印加を行わずに、強磁性金属層 14 を構成する磁性結晶粒子の小径化が図れる。ゆえに、本発明に係る製造方法は、基体 11 へのバイアス印加に起因した製造上の不具合、例えば媒体表面が粗面化しヘッドの低浮上化が阻害される問題や成膜室内で生じたコンタミが媒体形成面に混入する問題などを回避できるので、量産プロセスの安定性に寄与する。

さらに、本発明に係る製造方法では、工程 D 及び工程 S からなる中間処理工程に、基体 11 を所定の酸素雰囲気中に曝す工程 O を追加することによって、強磁性金属層 14 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差をより一層低減することができ、残留磁化の経時変化  $\Delta M$  がより一層小さな媒体を製造することができる。したがって、本発明に係る製造方法によれば、低ノイズで長期安定性にも優れた媒体が安定して作製できる。

上記の製造方法における効果は、従来の NiP 膜に代えて Co 共析 NiP 膜を被覆層とした基体を用いた場合でも有効に機能する。

本発明に係る磁気記録媒体は、上述したように強磁性金属層 14 が微細な結晶粒から構成されて優れた磁気特性を備えているので、強磁性金属層 14 は従来より熱的安定性に優れ、熱擾乱を抑制できる。したがって、磁気記録装置の内部がモータの熱の影響を受けて、例えば、 $100^{\circ}\text{C}$  を越える高い温度となった状況下で使用された場合であっても、本発明に係る媒体を構成する強磁性金属層 14 の磁気特性は劣化することがない。したがって、本発明に係る媒体を備えることに

よって、長期安定性に優れた磁気記録装置の提供が可能となる。

## 請求の範囲

1. 基体上にクロムを主成分とする金属下地層を介してコバルト基合金からなる強磁性金属層が形成されてなる磁気記録媒体において、

前記基体と前記金属下地層との間に少なくともタングステンを含有するシード層を備え、該シード層が島状膜であることを特徴とする磁気記録媒体。

2. 前記シード層がタングステンに加えてクロムを含有していることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

3. 前記基体は非磁性基板と被覆膜から構成され、該被覆膜が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなることを特徴とする請求項1又は2に記載の磁気記録媒体。

4. 前記ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素は、リン、コバルト、タングステン、鉄、バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブテン、パラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコニウム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオブ、タンタルの中から選択される1種または2種以上の元素であることを特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体。

5. 基体上に少なくともタングステンを含有するシード層、クロムを主成分とする金属下地層、コバルト基合金からなる強磁性金属層が、順次形成されてなる磁気記録媒体の製造方法は、

成膜室内に前記基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱する前処理工程と、

前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前記基体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程S、が少なくとも1回以上行われる中間処理工程と、

前記シード層上に前記金属下地層及び前記強磁性金属層を順次堆積させる後処理工程と、



を少なくとも具備したことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

6. 前記中間処理工程が、前記工程D、前記工程Sの順に行われることを特徴とする請求項5に記載の磁気記録媒体の製造方法。

7. 前記中間処理工程が、前記工程S、前記工程Dの順に行われることを特徴とする請求項5に記載の磁気記録媒体の製造方法。

8. 前記中間処理工程が、前記工程D及び前記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備したことを特徴とする請求項5に記載の磁気記録媒体の製造方法。

9. 前記中間処理工程が、前記工程D、前記工程S、前記工程Oの順に行われることを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

10. 前記中間処理工程が、前記工程S、前記工程D、前記工程Oの順に行われることを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

11. 前記中間処理工程が、前記工程D、前記工程O、前記工程Sの順に行われることを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

12. 前記中間処理工程が、前記工程D、前記工程O、前記工程S、前記工程Dの順に行われることを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

13. 前記中間処理工程が、前記工程D、前記工程O、前記工程S、前記工程D、前記工程Oの順に行われることを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

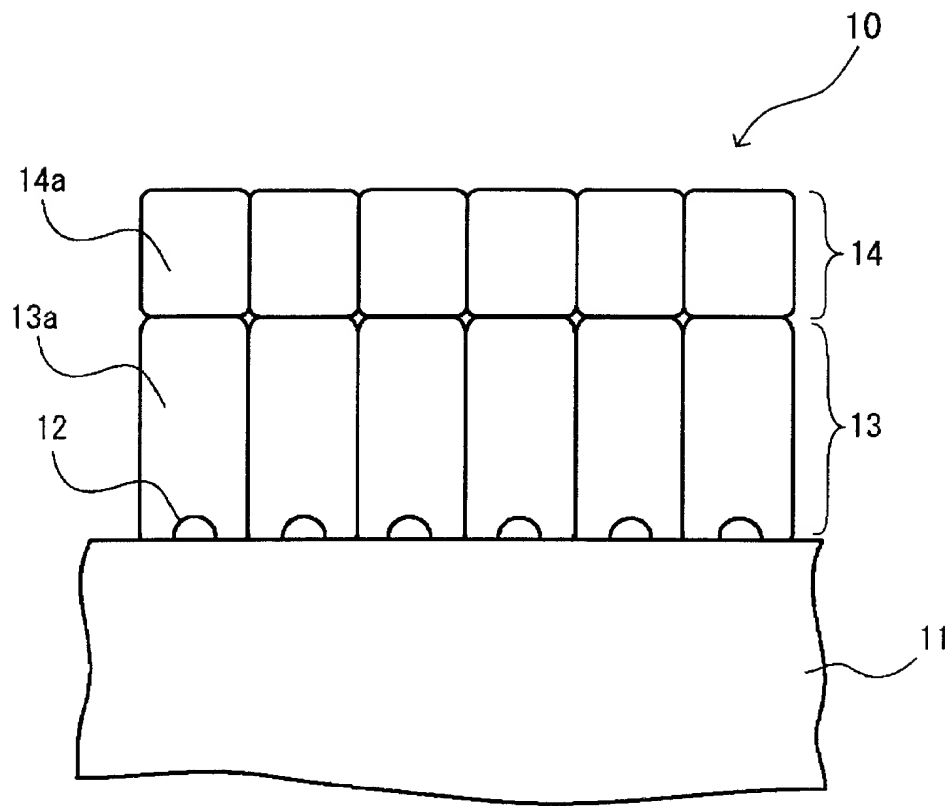
14. 前記基体として、非磁性基板と被覆膜から構成され、該被覆膜がニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなる基体を用いることを特徴とする請求項8乃至13のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

15. 前記ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素は、リン、コバルト、タングステン、鉄、バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブテン、パラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコニウム、ホウ素、チタン、ハフ

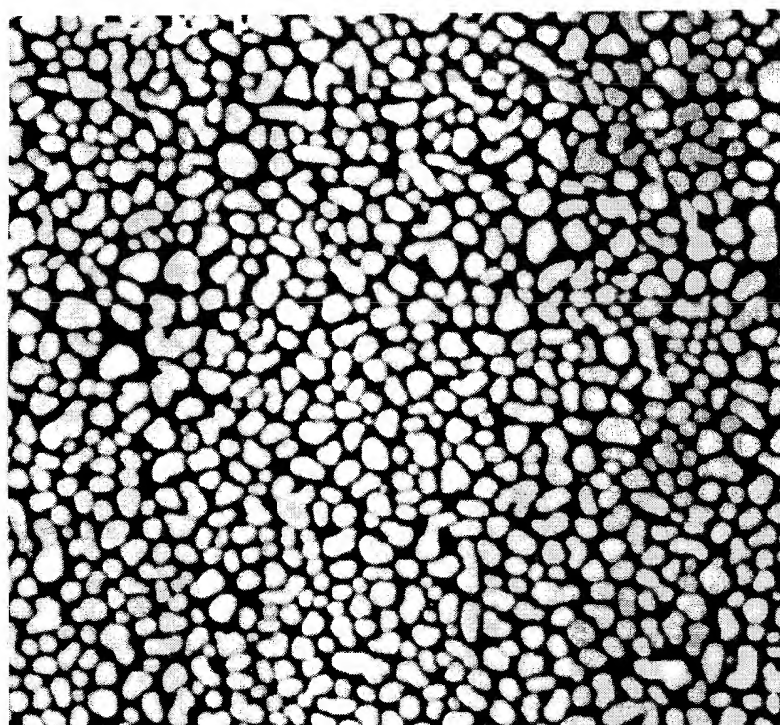
ニウム、ニオブ、タンタルの中から選択される 1 種または 2 種以上の元素であることを特徴とする請求項 1 4 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

1 6. 請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動させる駆動部と、磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒体に対して相対移動させる移動手段とを具備したことを特徴とする磁気記録装置。

## 第1図

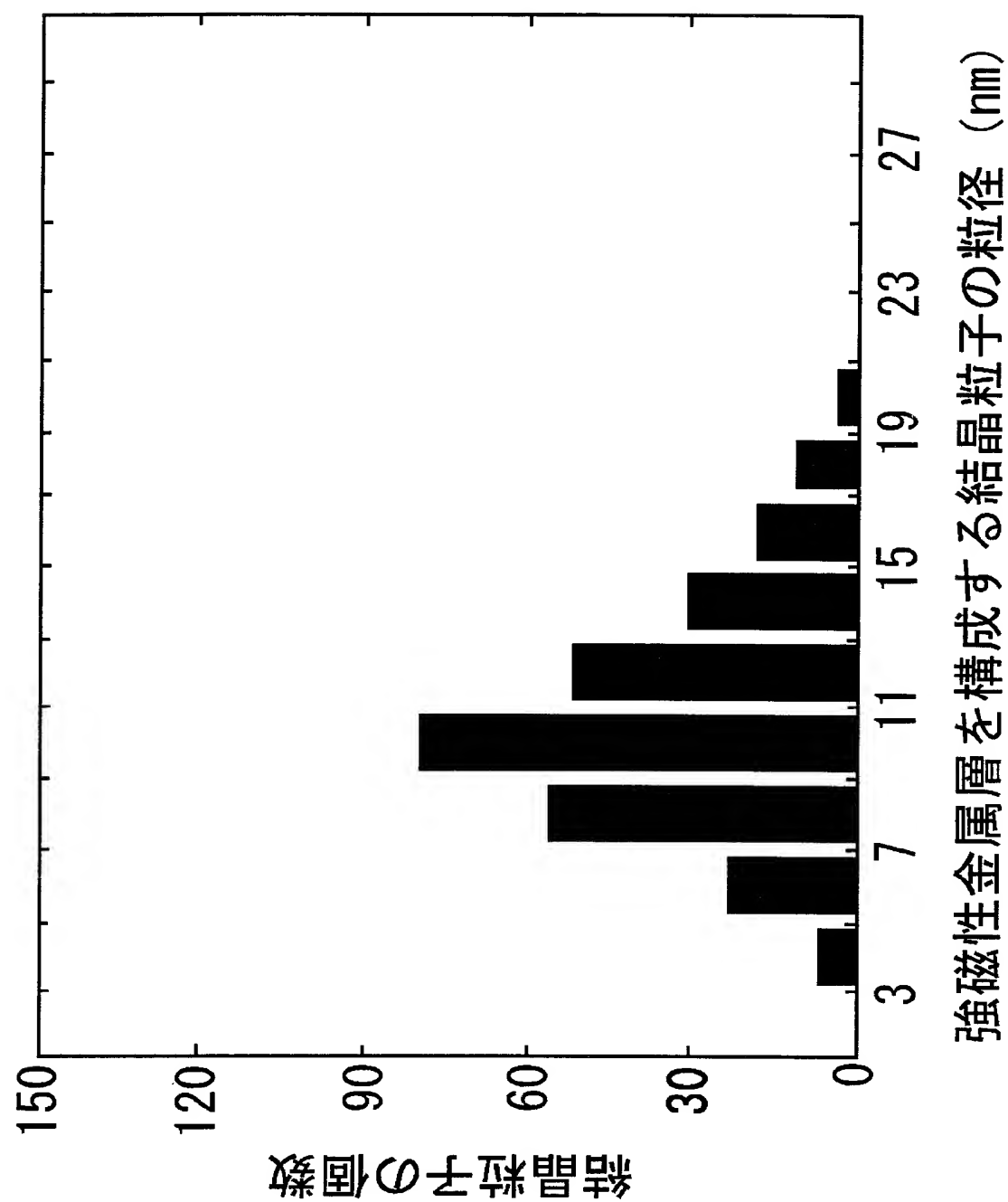


第2図

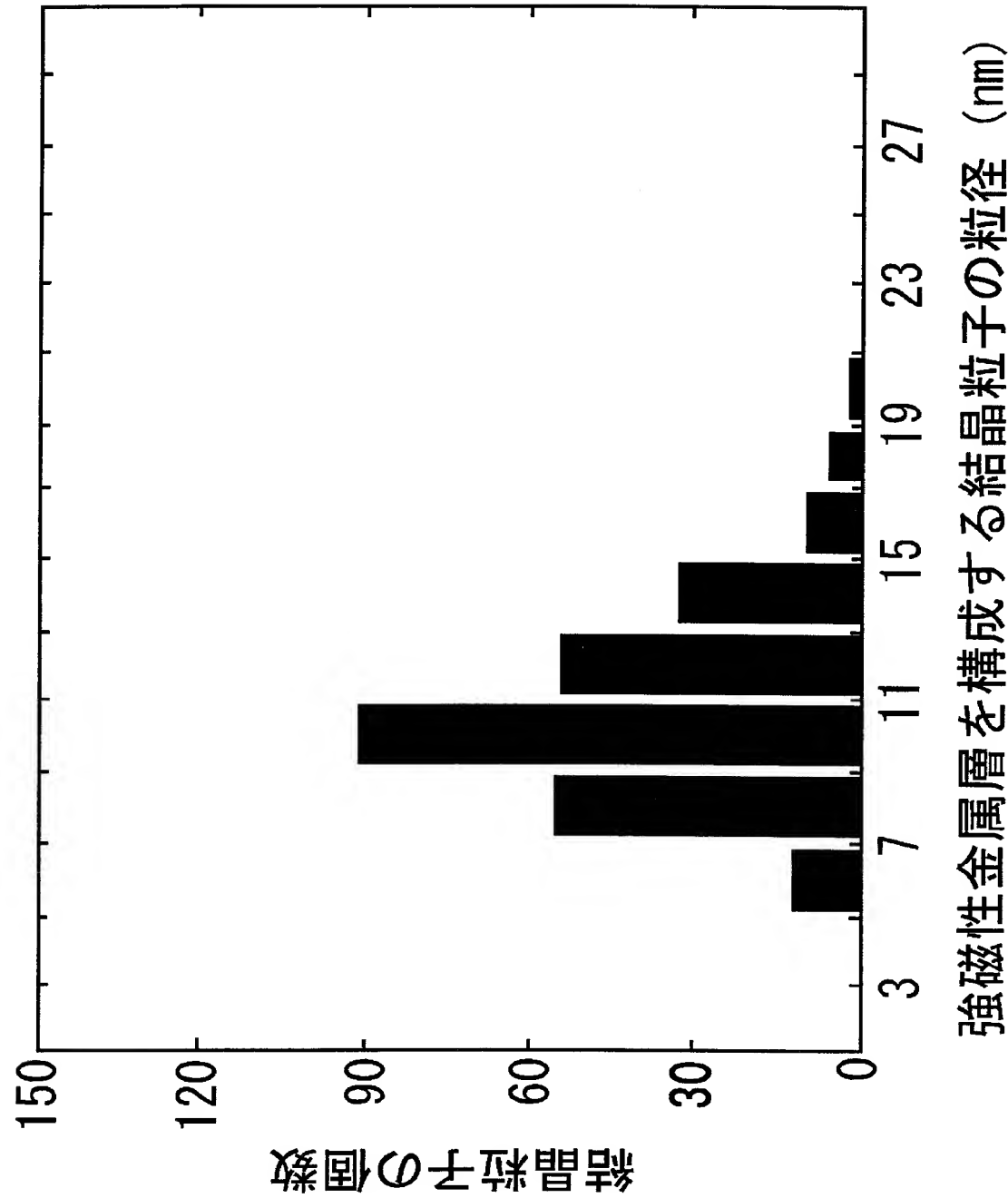


20 nm

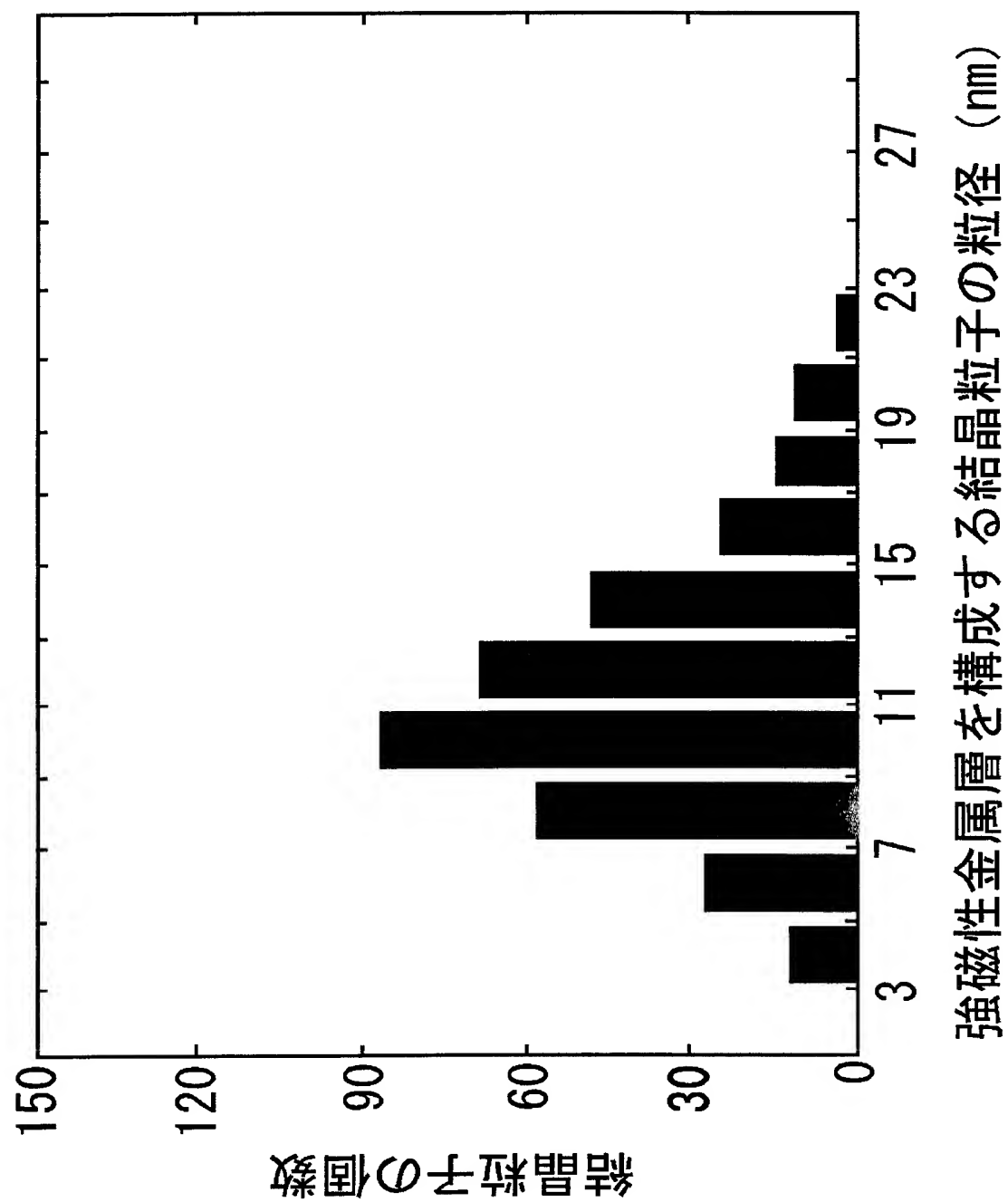
第3図



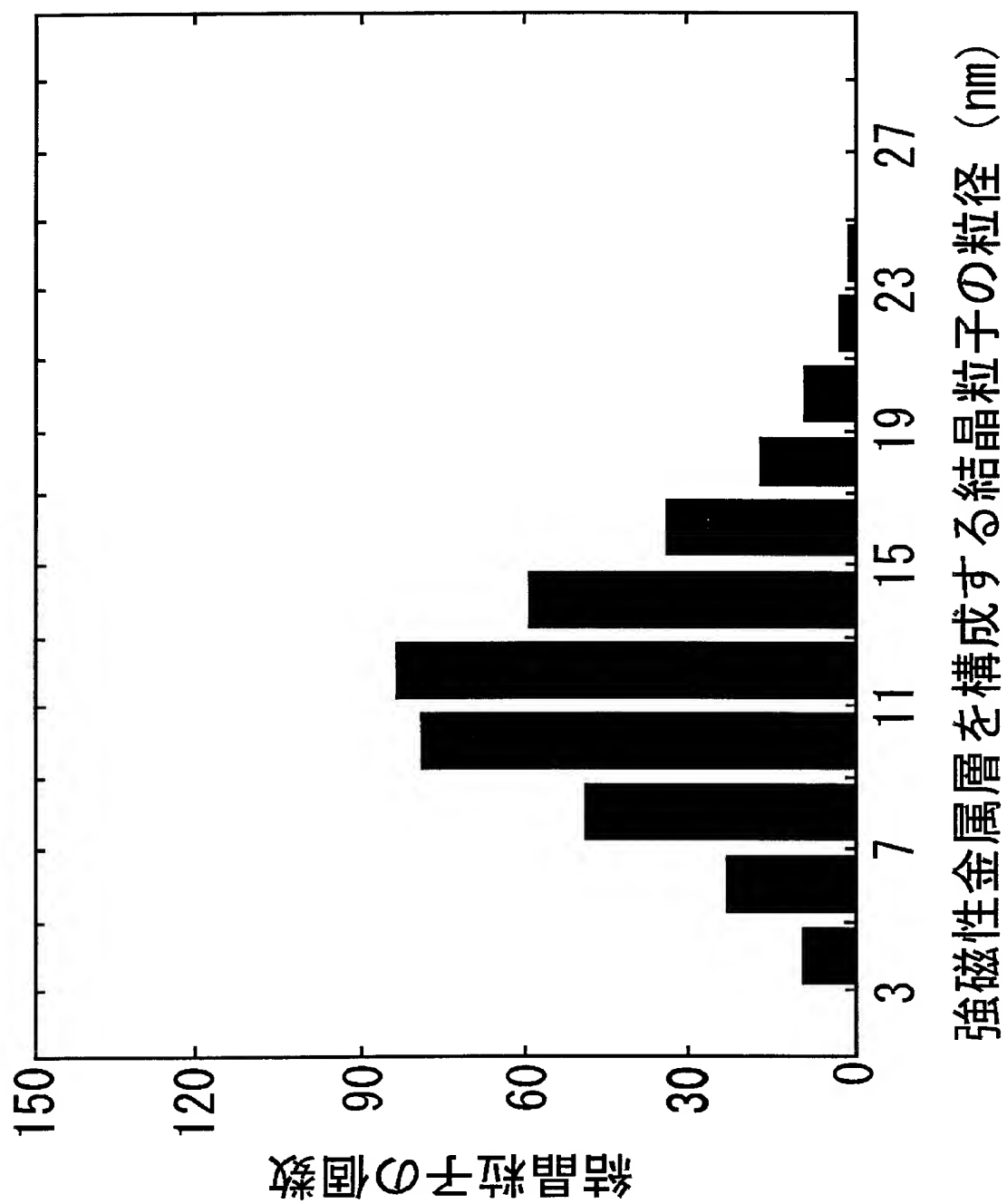
第 4 図



第5図

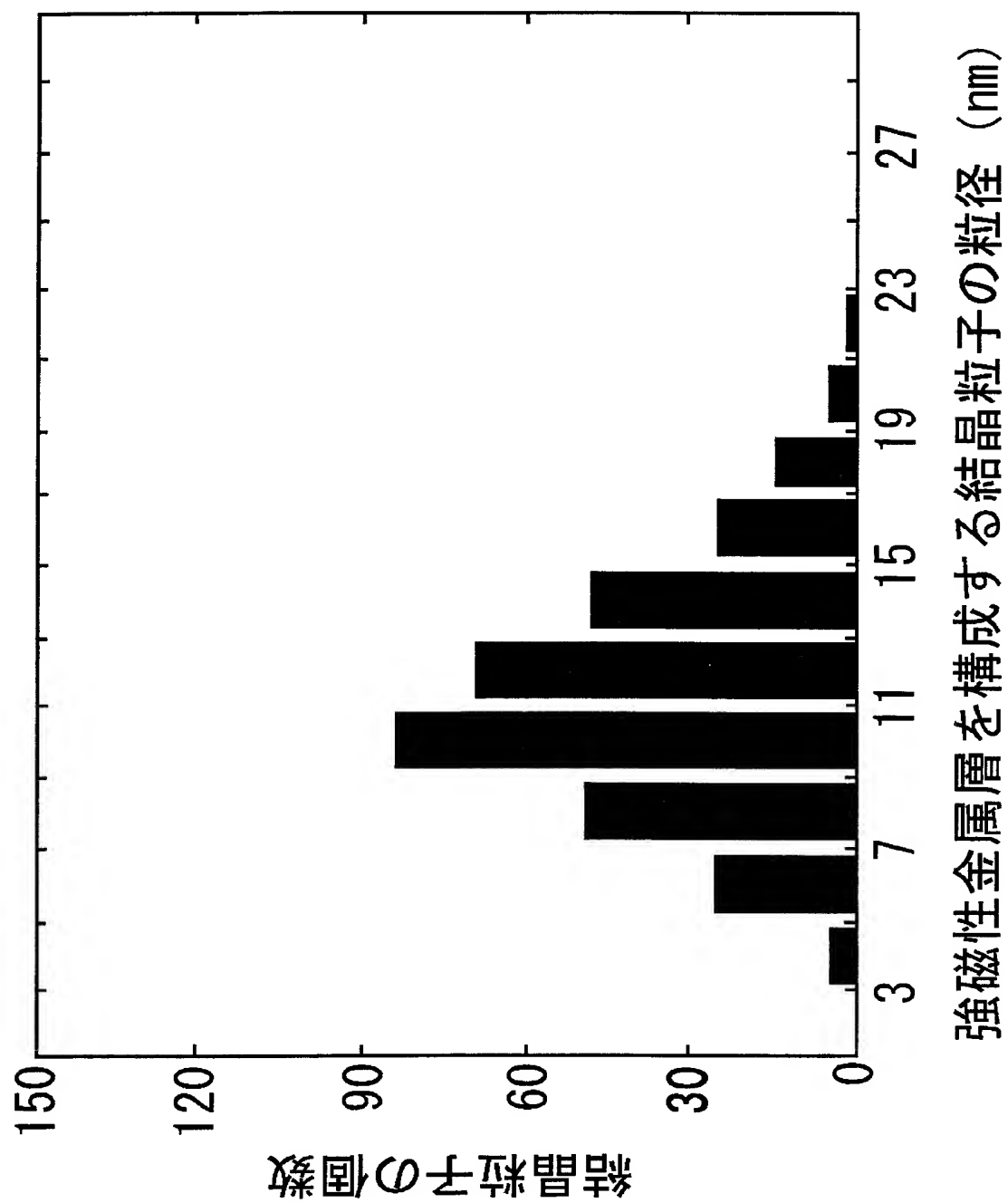


第6図

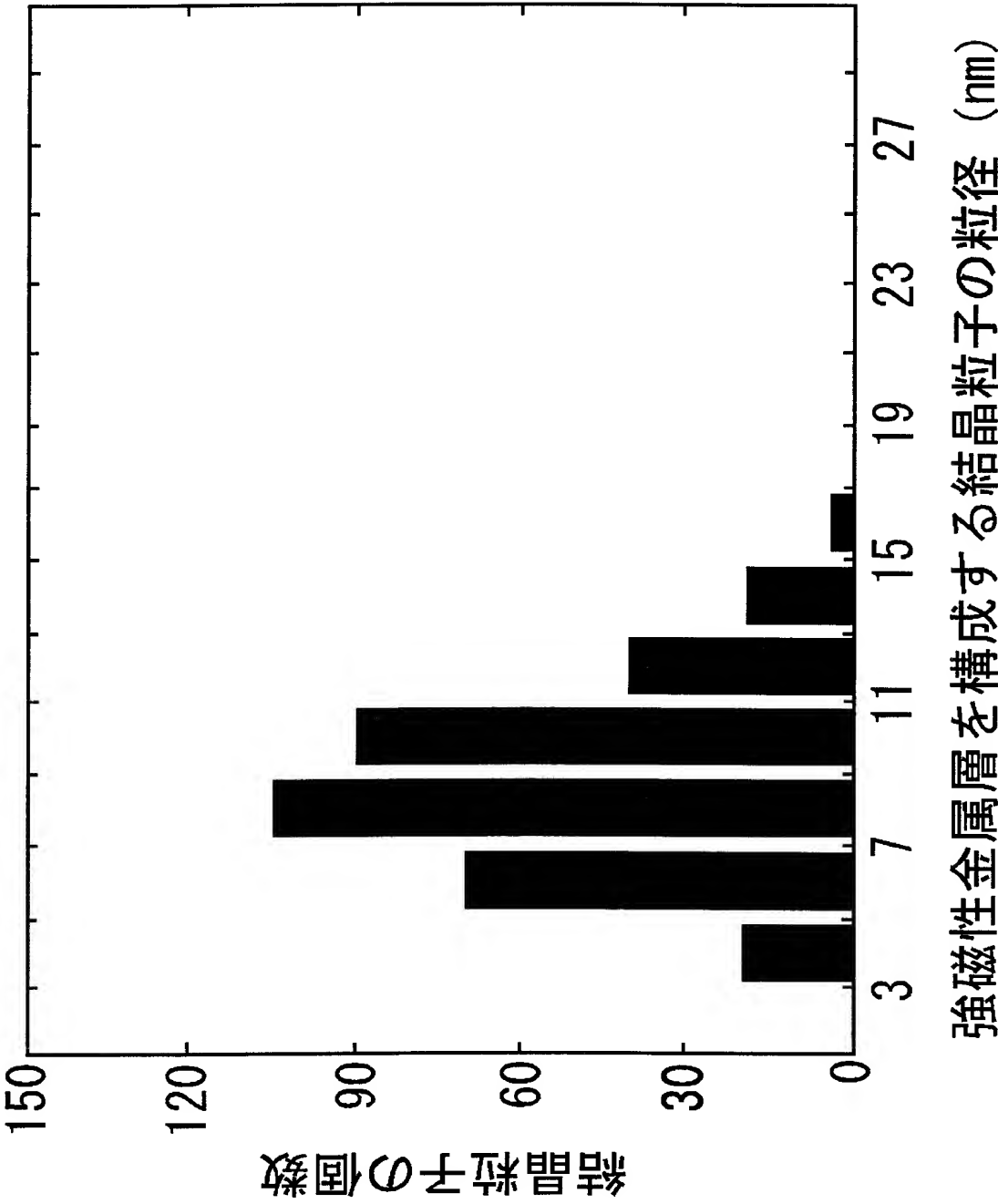




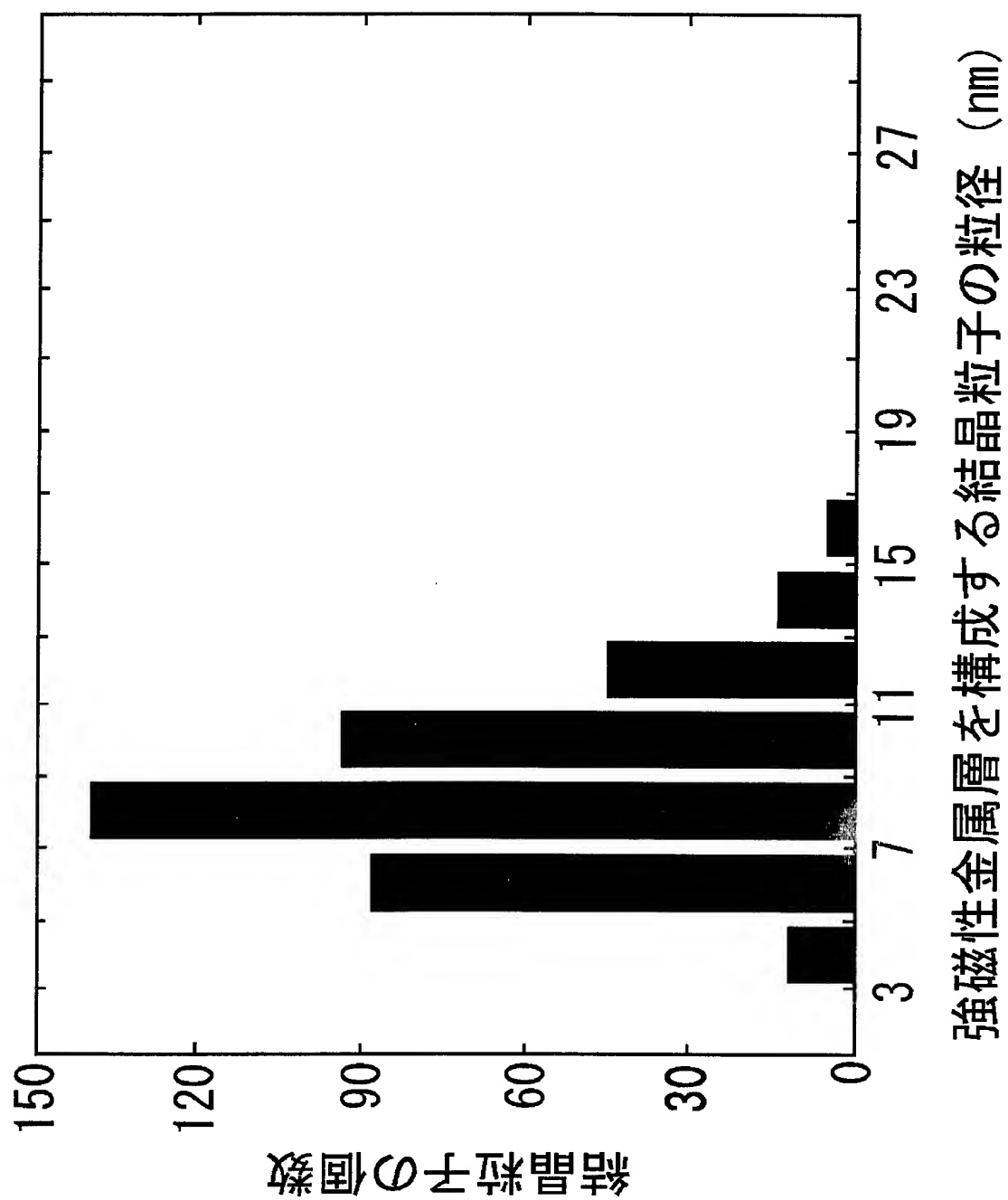
第7図



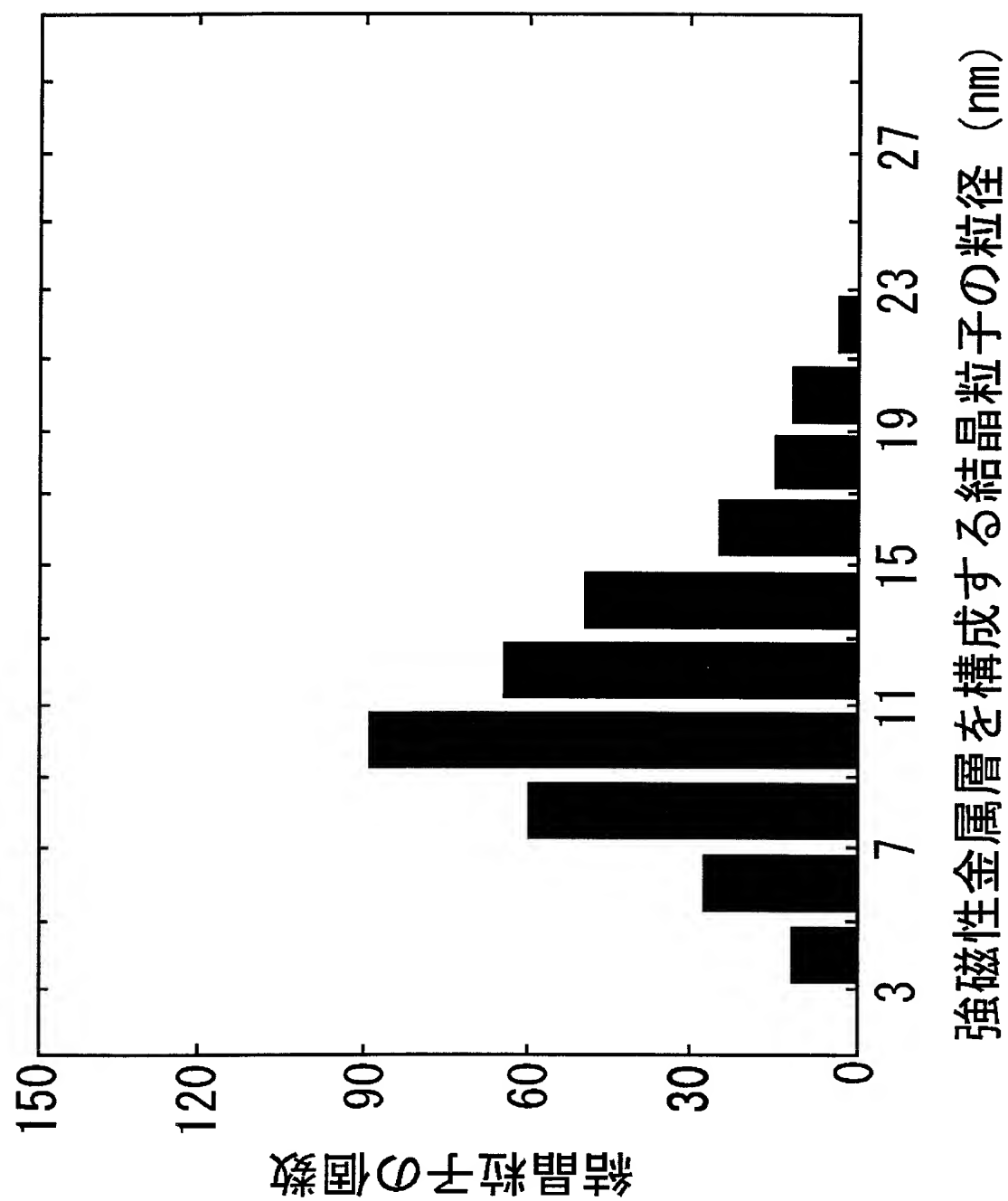
第 8 図



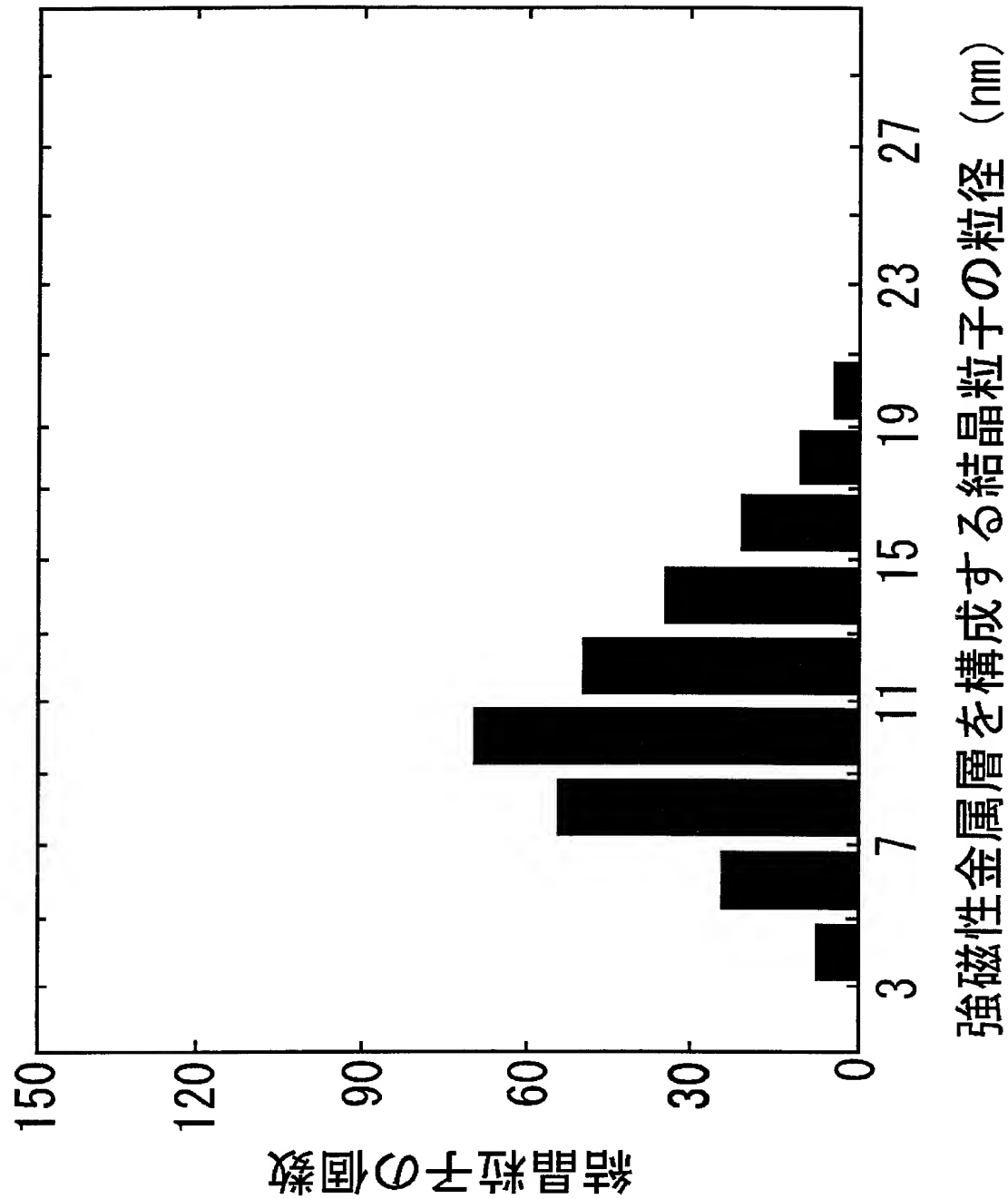
第9図



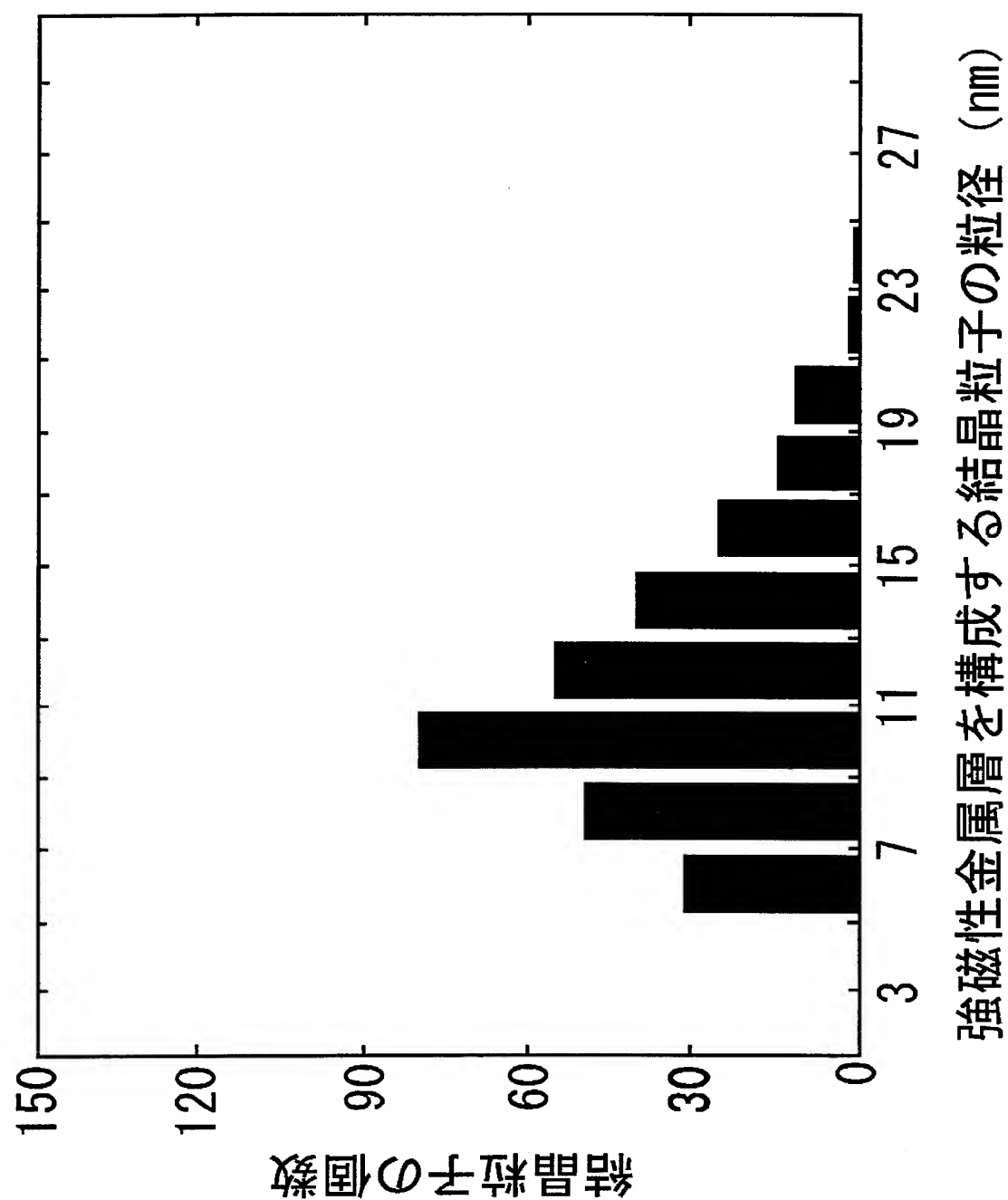
第 10 図



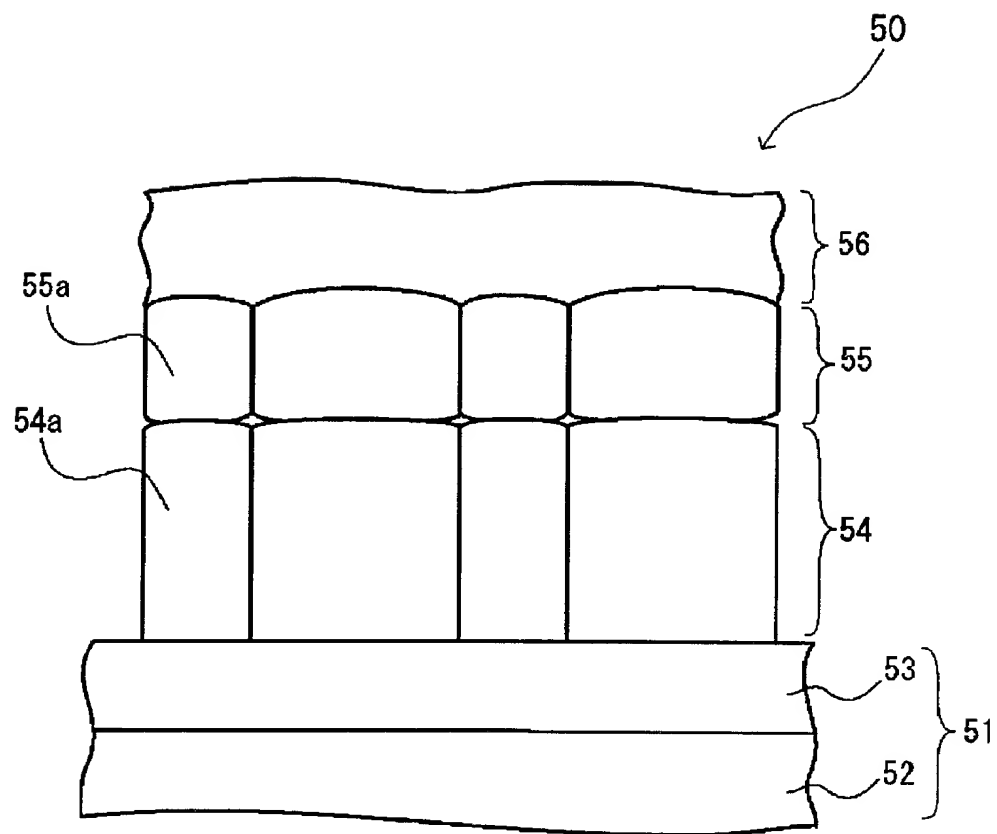
第 1 1 図



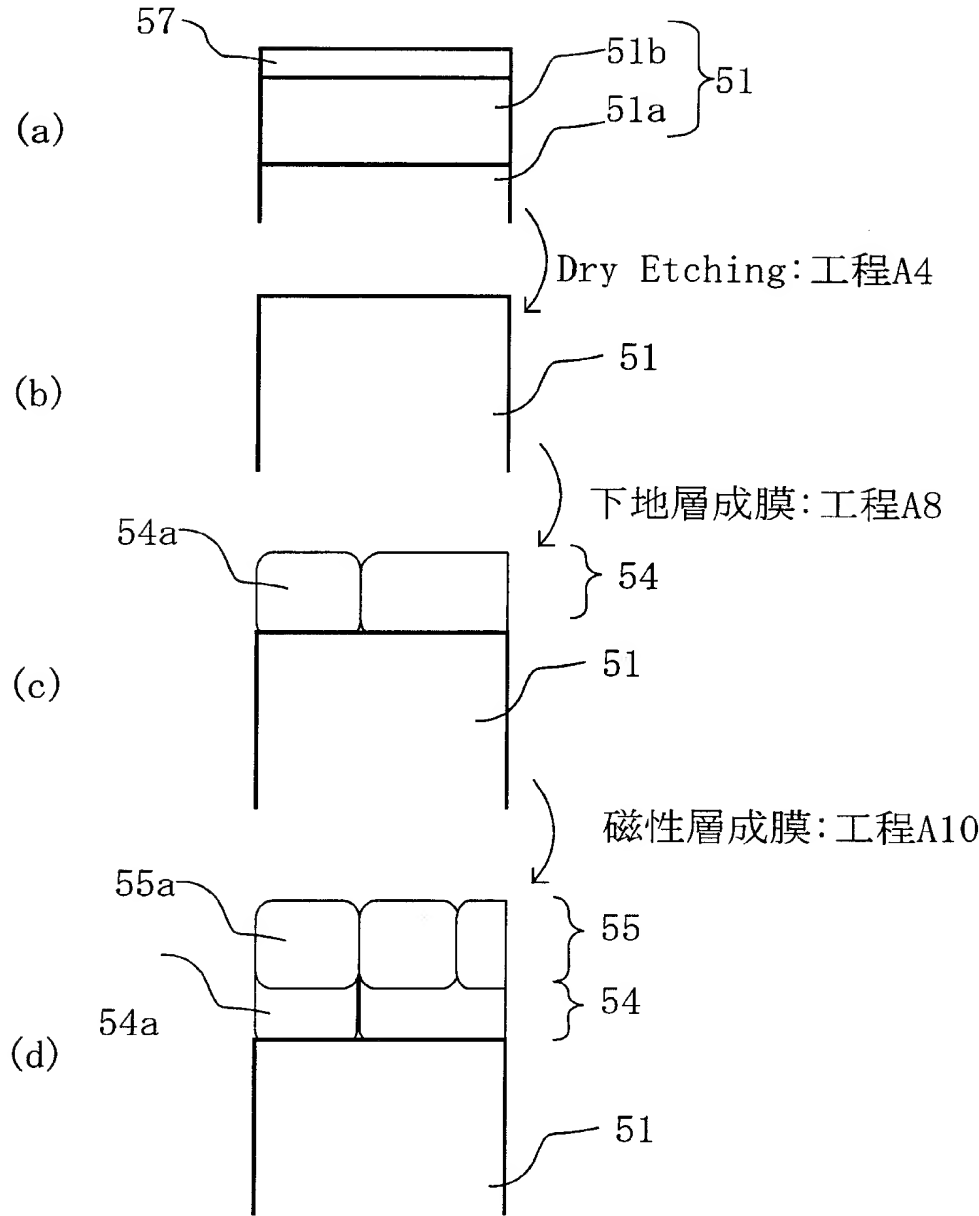
第 1 2 図



## 第 1 3 図

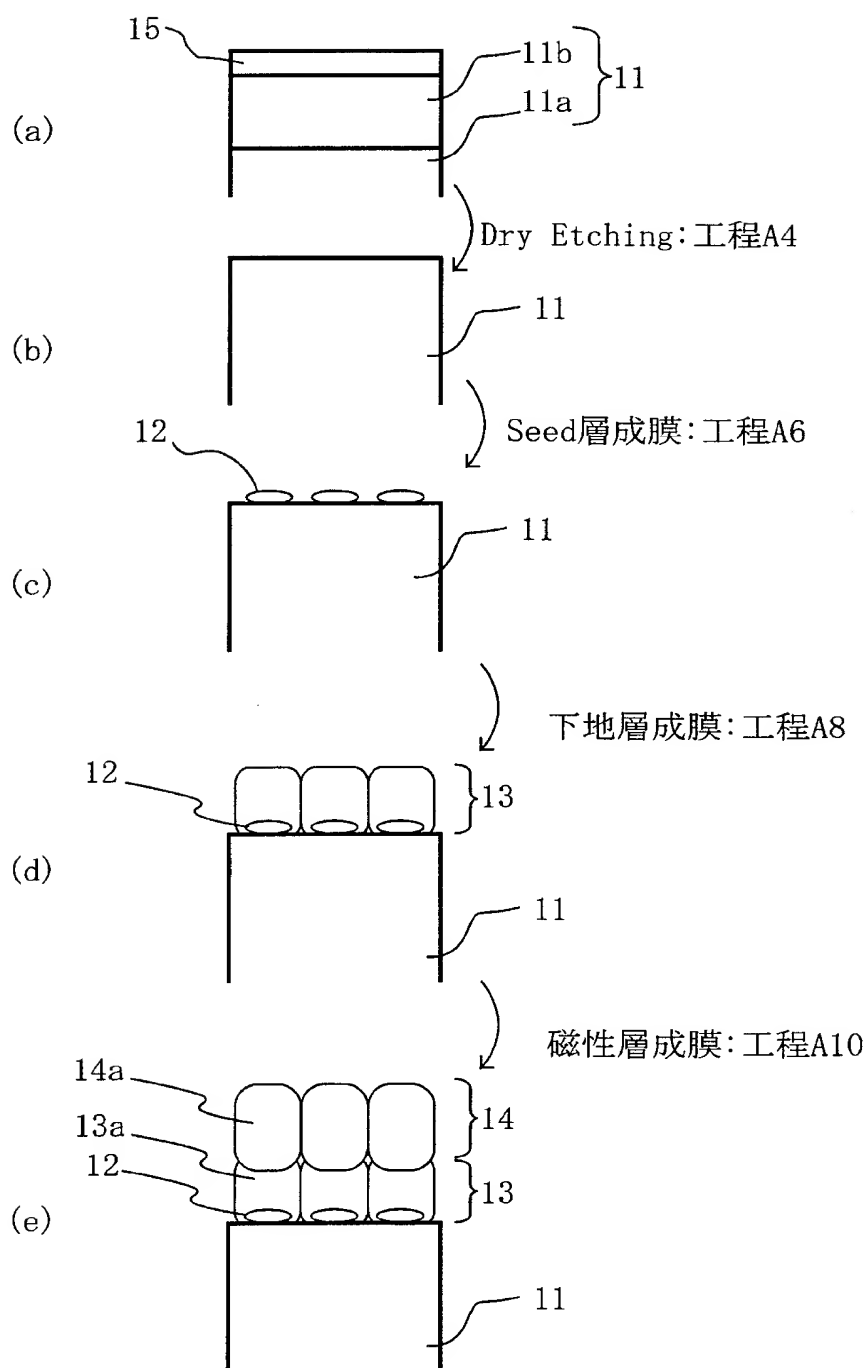


第 1 4 図

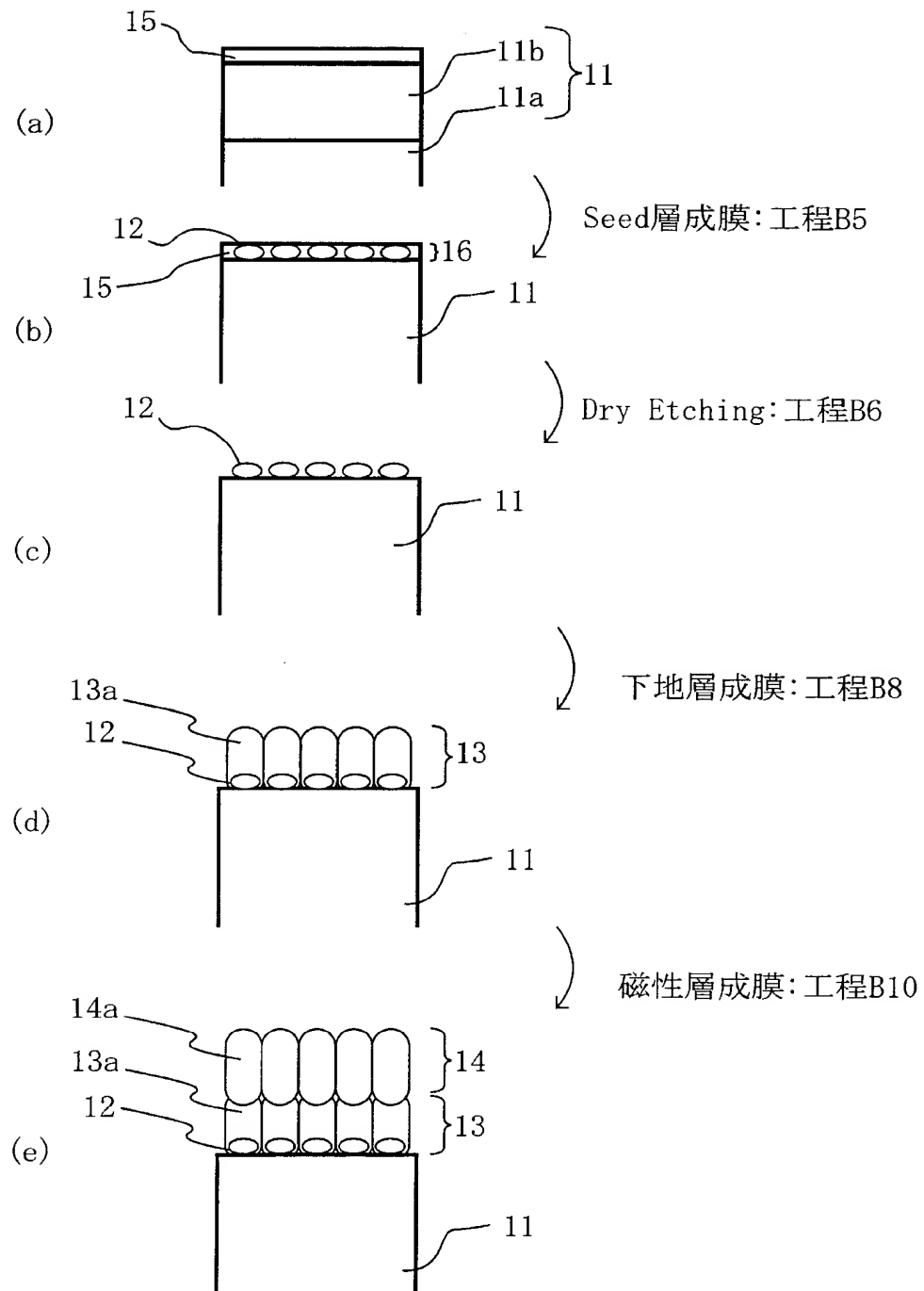




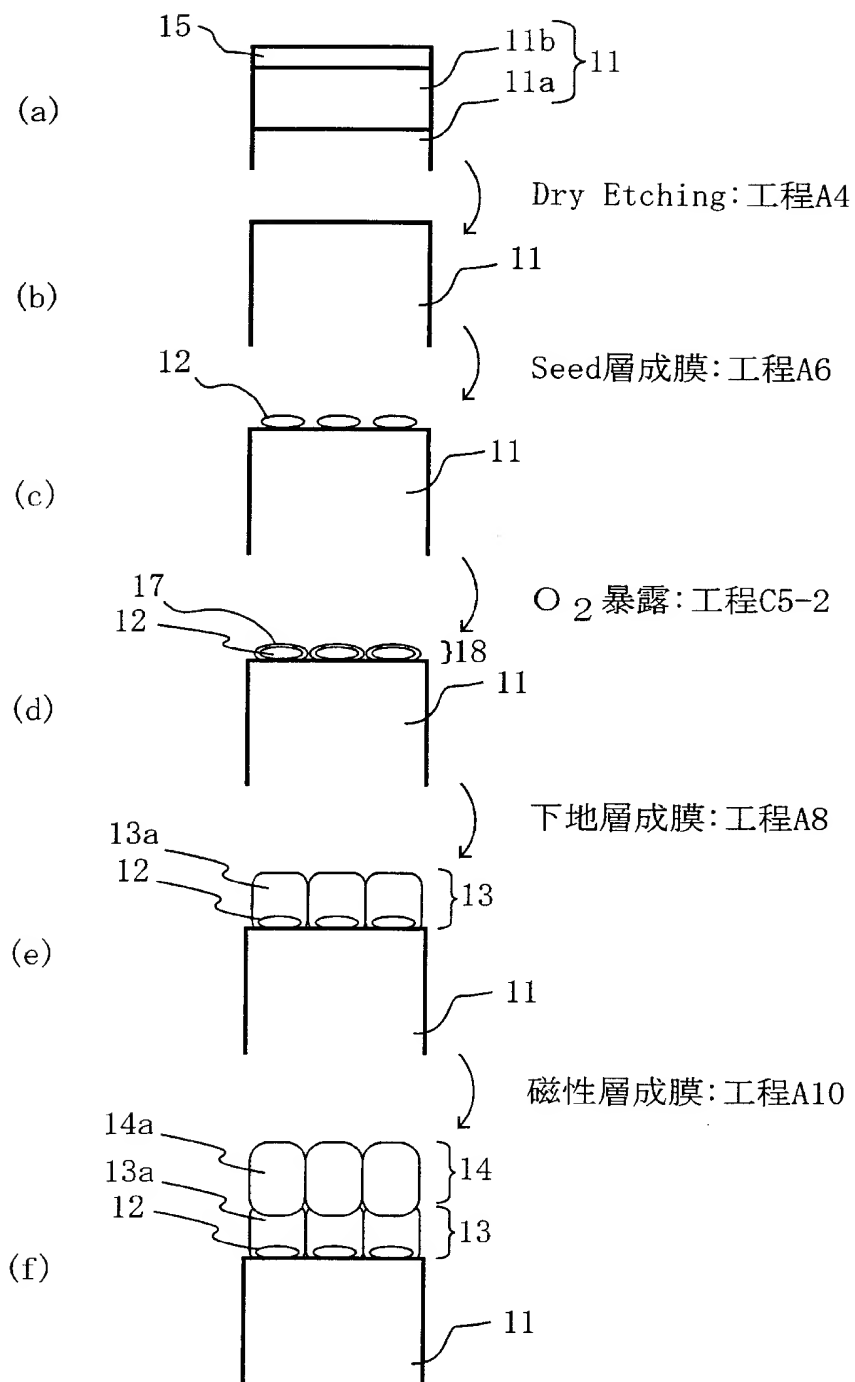
## 第 1 5 図



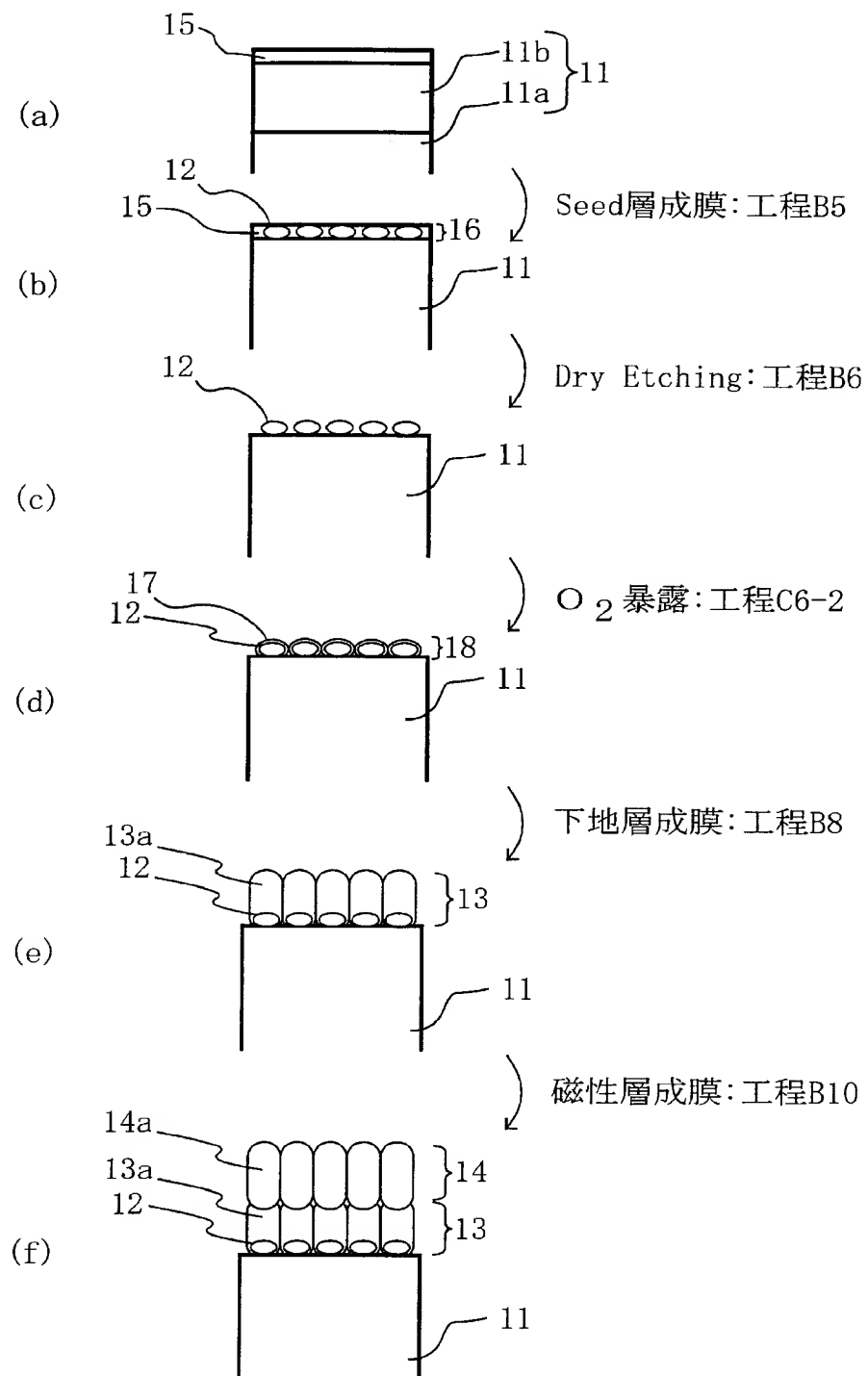
## 第 16 図



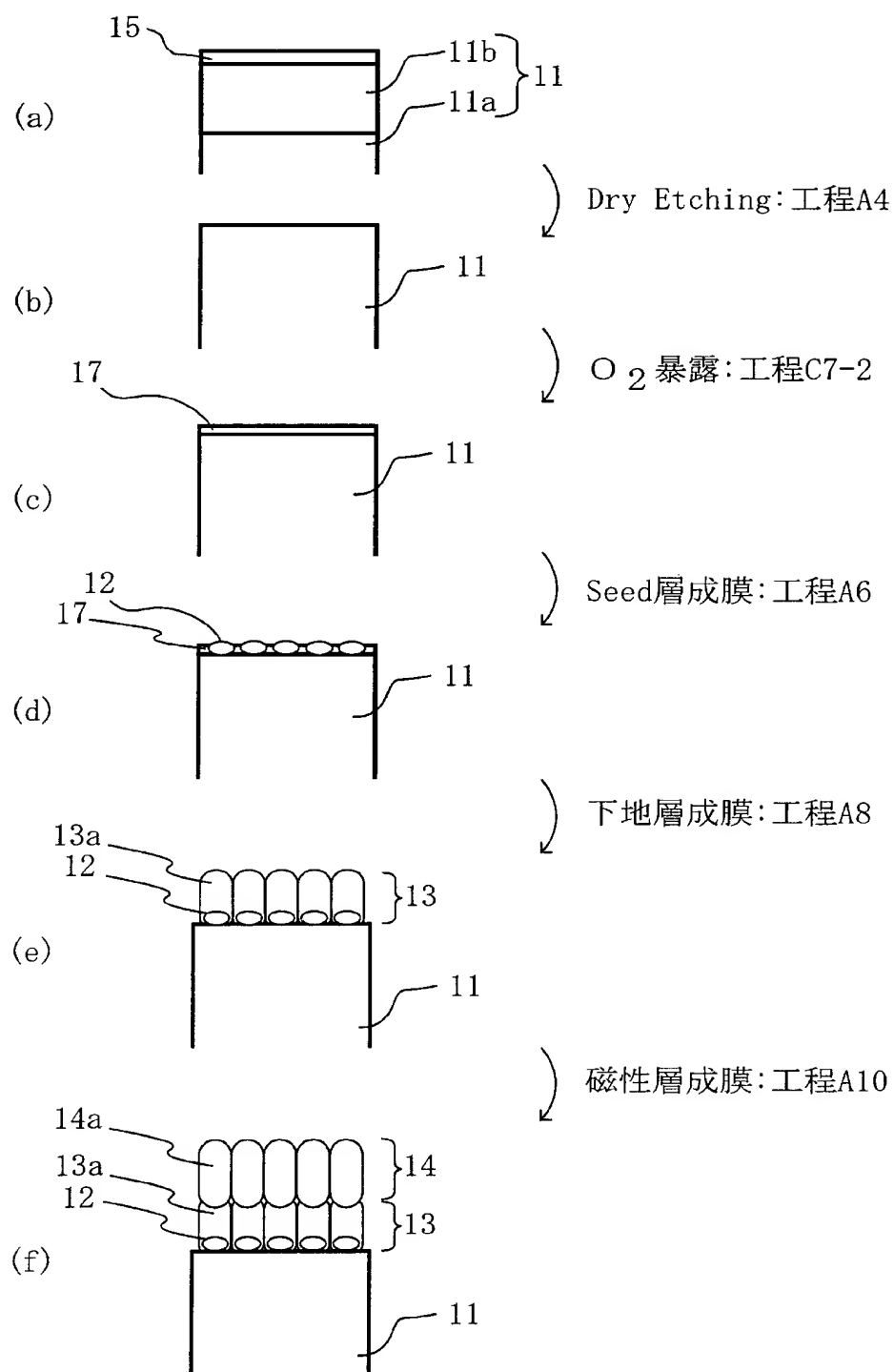
## 第 17 図



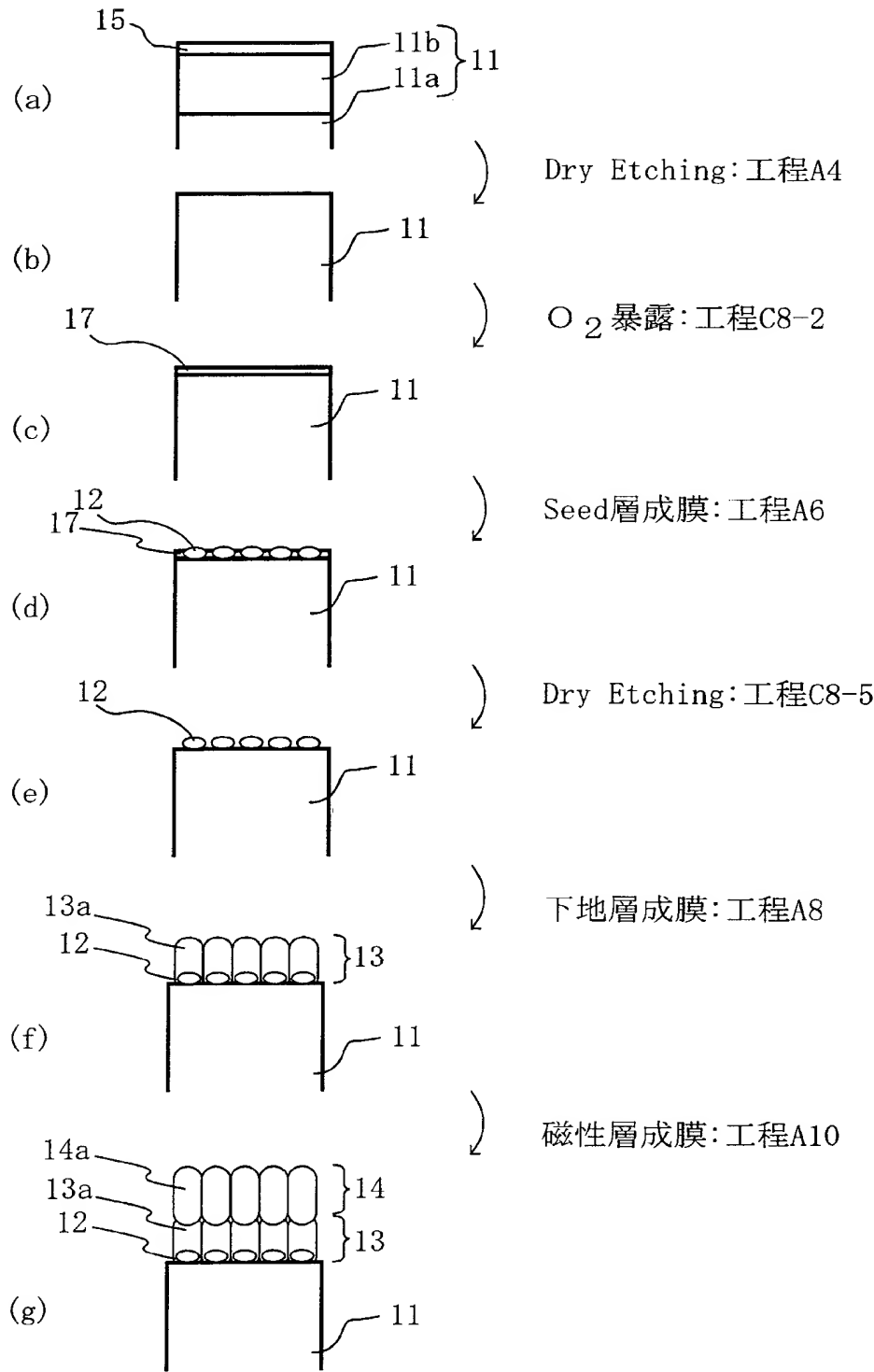
第 18 図



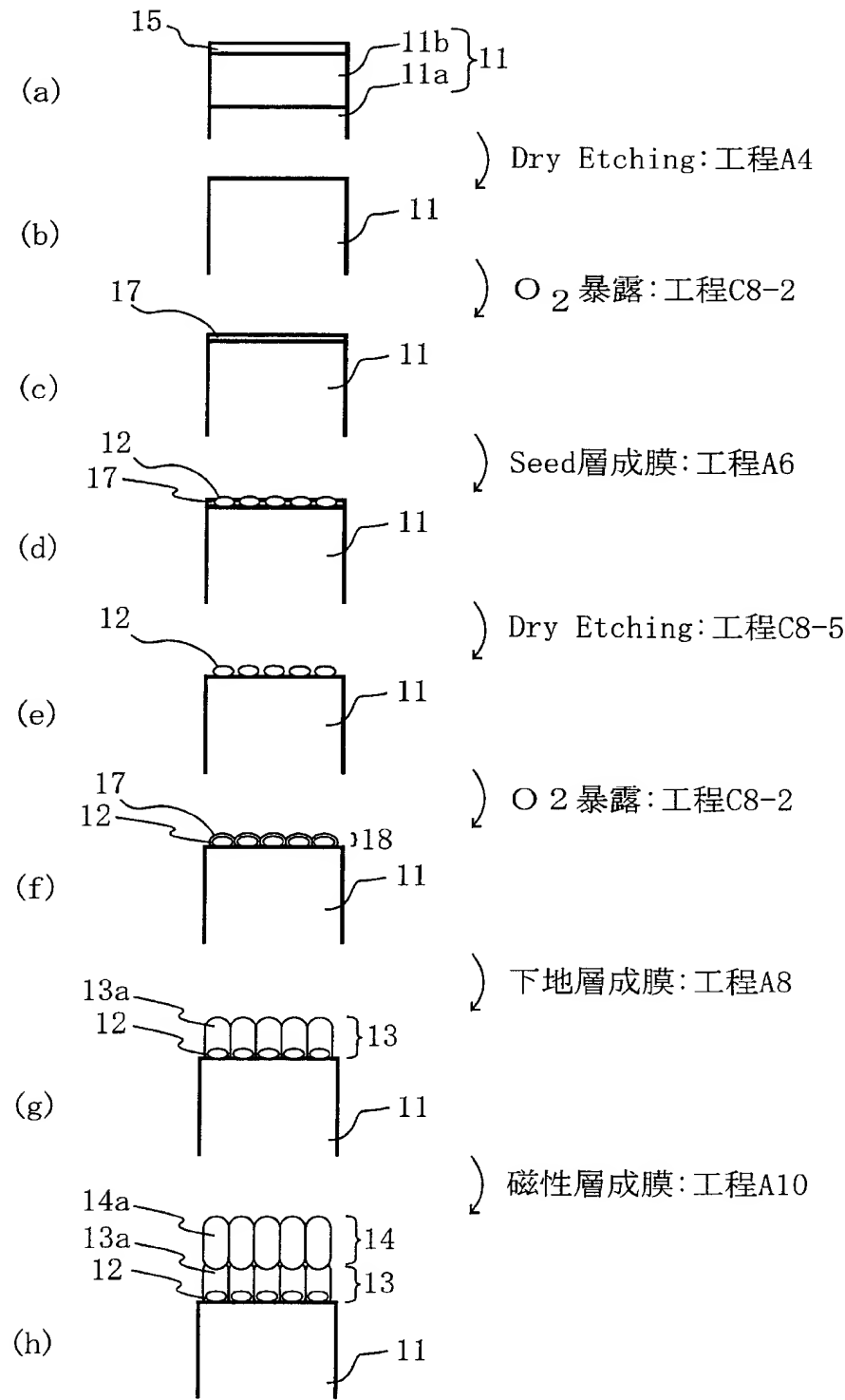
## 第 19 図



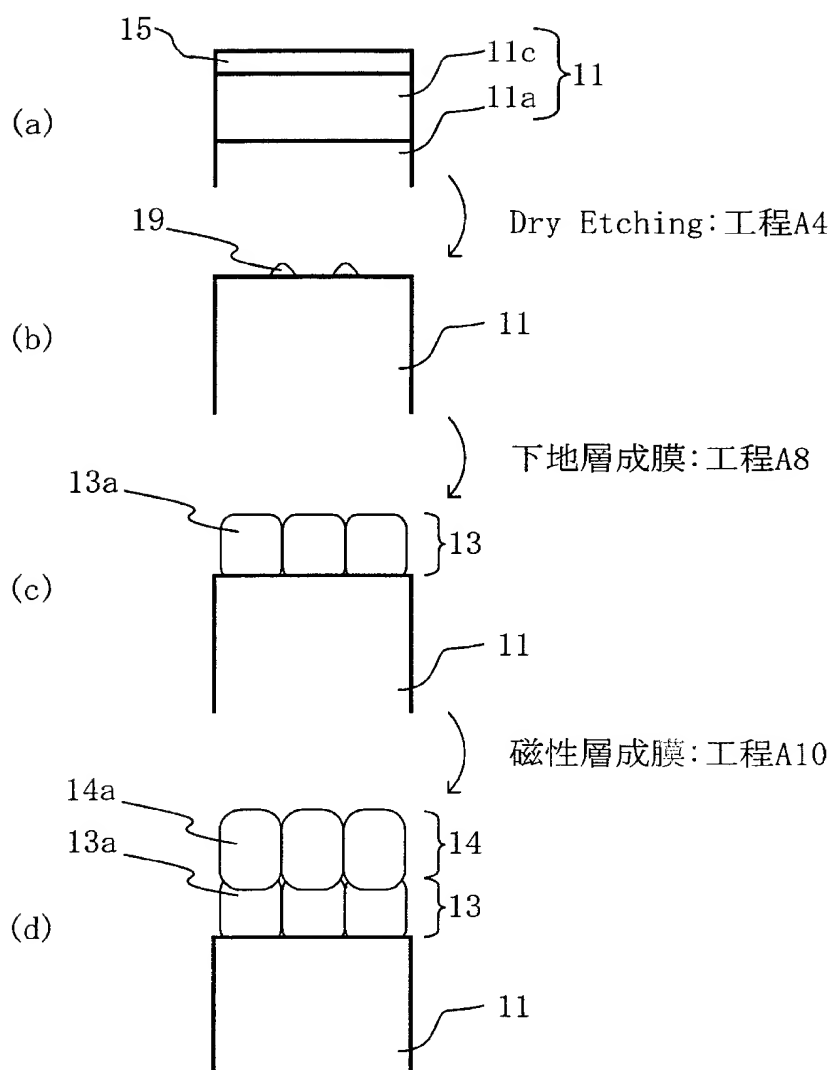
第 2 0 図



第 2 1 図

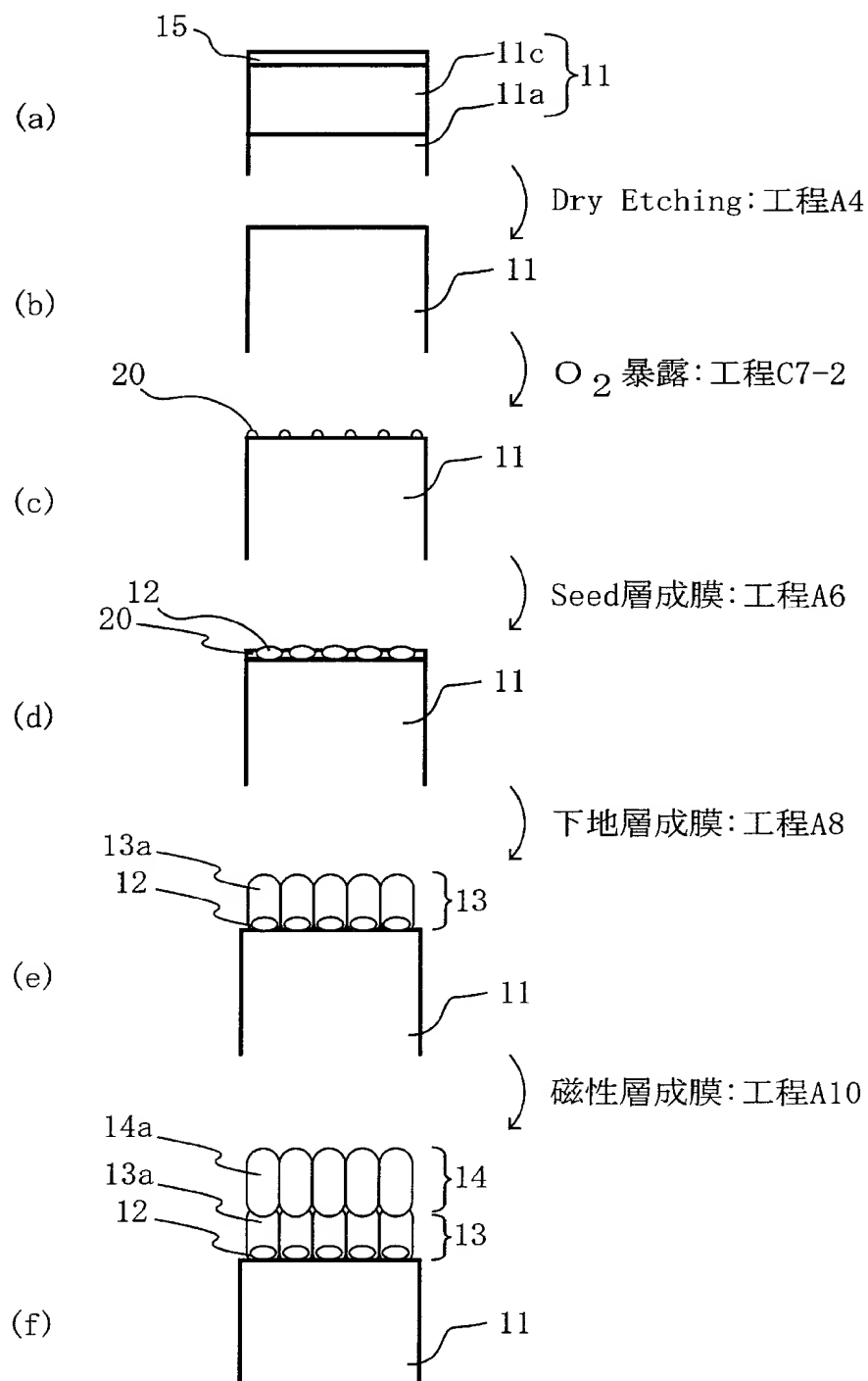


## 第 2 2 図】

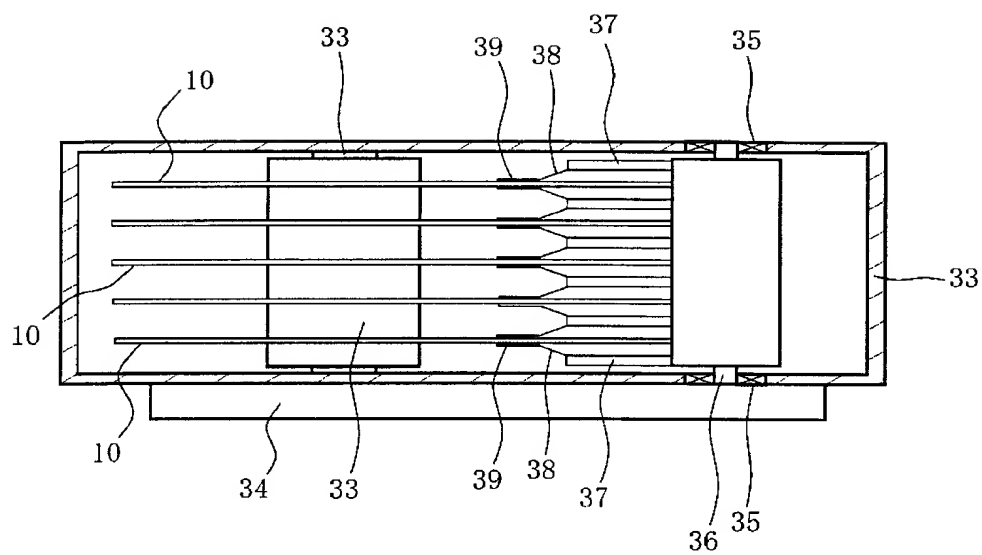




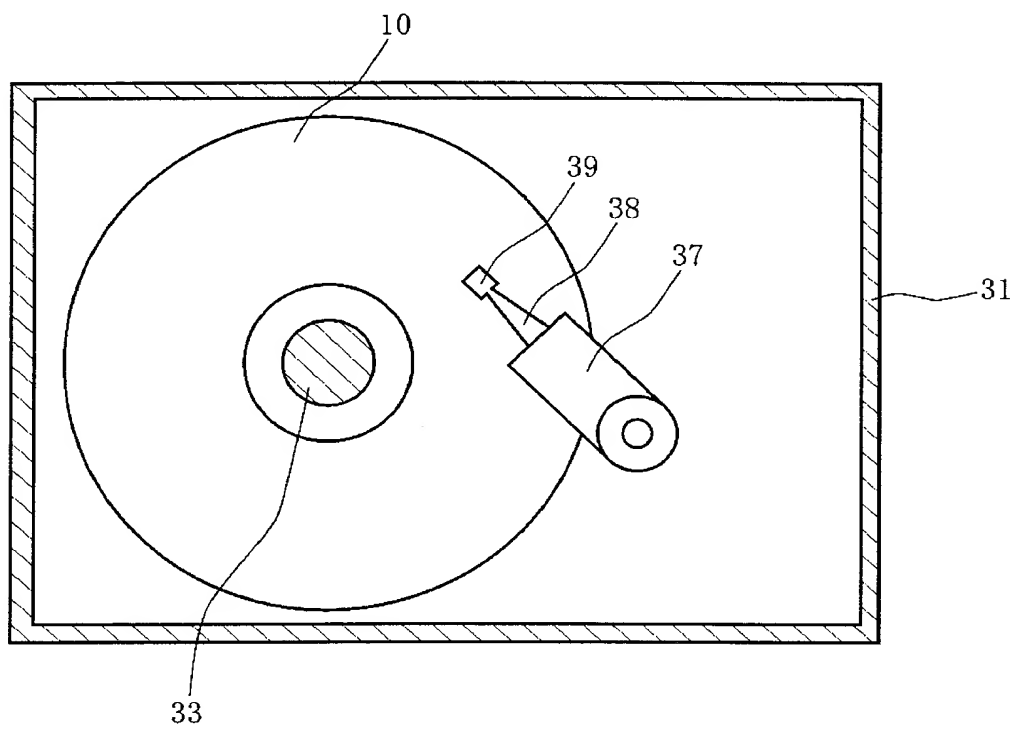
## 第 2 3 図



第 2 4 図



第 2 5 図



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/03436

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl.<sup>7</sup> G11B5/738, 5/65, 5/85

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl.<sup>7</sup> G11B5/738, 5/65, 5/85

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US, 5846648, A (Chen et al.), 08 December, 1998 (08.12.98) & JP, 10-302242, A	1-16
A	JP, 10-105948, A (Hoya Corporation), 24 April, 1998 (24.04.98) (Family: none)	1-16
A	JP, 11-73620, A (SHOWA DENKO K.K.), 16 March, 1999 (16.03.99) (Family: none)	1-16
P,A	JP, 2000-20936, A (Hitachi, Ltd.), 21 January, 2000 (21.01.00) (Family: none)	1-16
P,A	JP, 2000-99934, A (Fujitsu Limited), 07 April, 2000 (07.04.00) (Family: none)	1-16

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>
--	---

Date of the actual completion of the international search  
22 August, 2000 (22.08.00)

Date of mailing of the international search report  
05 September, 2000 (05.09.00)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JPO0/03436

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. 7 G11B5/738, 5/65, 5/85

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. 7 G11B5/738, 5/65, 5/85

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	US, 5846648, A (Chen et al.) 8. 12月. 1998 (08. 12. 98) & JP, 10-302242, A	1-16
A	JP, 10-105948, A (ホーヤ株式会社) 24. 4月. 1998 (24. 04. 98) (ファミリーなし)	1-16
A	JP, 11-73620, A (昭和電工株式会社) 16. 3月. 1999 (16. 03. 99) (ファミリーなし)	1-16

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

22. 08. 00

国際調査報告の発送日

05.09.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山下 達也



5D

9645

電話番号 03-3581-1101 内線 3551

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
P, A	J P, 2000-20936, A (株式会社日立製作所) 21. 1月. 2000 (21. 01. 00) (ファミリーなし)	1-16
P, A	J P, 2000-99934, A (富士通株式会社) 7. 4月. 2000 (07. 04. 00) (ファミリーなし)	1-16